THÈSE

PRÉSENTÉE

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE 3ᵉ CYCLE

SPÉCIALITÉ : PHYSIQUE DU SOLIDE

par

ROBERT LAGRANGE

PROPRIÉTÉS ANÉLASTIQUES DE L'ARGON SOLIDE

Soutenue le 15 Mars 1972, devant la commission d'examen

MM. A. LACAZE — PRÉSIDENT

G. KUHN
P. GOBIN
P. MOSER
— EXAMINATEURS

THÈSE

PRÉSENTÉE

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE 3^{E} CYCLE

SPÉCIALITÉ : PHYSIQUE DU SOLIDE

par

ROBERT LAGRANGE

PROPRIÉTÉS ANÉLASTIQUES DE L'ARGON SOLIDE

Soutenue le 15 Mars 1972, devant la commission d'examen

MM. A. LACAZE	PRÉSIDENT
G. KUHN P. GOBIN P. MOSER	EXAMINATEURS

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF
Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AUBERT Guy	Physique
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BERNARD Alain	Mathématiques pures
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrométallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumathologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique

MM.	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques pures
	GALVANI Octave	Mathématiques pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GERBER Robert	Mathématiques pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Mlle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques pures
MM.	MALGRANGE Bernard	Mathématiques pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Séméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques pures
	PEBAY-PEROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM. BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
BULLEMER Bernhard	Physique
CHEEKE John	Thermodynamique
HANO JUN-ICHI	Mathématiques pures
STEPHENS Michaël	Mathématiques Appliquées

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM. BEAUDOING André	Pédiatrie
Mme BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques pures
MM. BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme BONNIER Jane	Chimie générale
MM. CARLIER Georges	Biologie végétale
COHEN Joseph	Electrotechnique
COUMES André	Radioélectricité
DEPASSEL Roger	Mécanique des fluides
DEPORTES Charles	Chimie minérale
DESRE Pierre	Métallurgie
GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
GEINDRE Michel	Electoradiologie
GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
GIDON Paul	Géologie et minéralogie
GLENAT René	Chimie organique
HACQUES Gérard	Calcul numérique
JANIN Bernard	Géographie
Mme KAHANE Josette	Physique
MM. MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et Minéralogie
POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
REVOL Michel	Urologie
REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
ROBERT André	Chimie papetière
SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
SIBILLE Robert	Construction Mécanique
SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mle AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
ALARY Josette	Chimie analytique
MM. AMBLARD Pierre	Dermatologie
AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
ARMAND Yves	Chimie
BEGUIN Claude	Chimie organique
BELORIZKY Elie	Physique
BENZAKEN Claude	Mathématiques appliquées
BILLET Jean	Géographie
BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
BLOCH Daniel	Electrotechnique

Mme BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM. BOUCHET Yves	Anatomie
BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques appliquées
BOUVARD Maurice	Mécanique des fluides
BRIERE Georges	Physique expérimentale
BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
BRUGEL Lucien	Energétique
BUISSON Roger	Physique
BUTEL Jean	Orthopédie
CHAMBLAZ Edmond	Biochimie médicale
CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogènèse
CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
CHIBON Pierre	Biologie animale
COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
COLOMB Maurice	Biochimie médicale
CONTE René	Physique
CROUZET Guy	Radiologie
DURAND Francis	Métallurgie
DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme ETERADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM. FAURE Jacques	Médecine légale
GAVEND Michel	Pharmacologie
GENSAC Pierre	Botanique
GIDON Maurice	Géologie
GRIFFITHS Michaël	Mathématiques appliquées
GROULADE Joseph	Biochimie médicale
HOLLARD Daniel	Hématologie
HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
IDELMAN Simon	Physiologie animale
IVANES Marcel	Electricité
JALBERT Pierre	Histologie
JOLY Jean-René	Mathématiques pures
JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
JULLIEN Pierre	Mathématiques pures
KAHANE André	Physique générale
KUHN Gérard	Physique
Mme LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM. LAJZEROWICZ Joseph	Physique
LANCIA Roland	Physique atomique
LE JUNTER Noël	Electronique
LEROY Philippe	Mathématiques
LOISEAUX Jean-Marie	Physique nucléaire
LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique nucléaire
LUU DUC Duong	Chimie organique
MACHE Régis	Physiologie végétale
MAGNIN Robert	Hygiène et mécecine préventive
MARECHAL Jean	Mécanique
MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
MAYNARD Roger	Physique du Solide
MICHOULIER Jean	Physique (I.U.T. "A")
MICOUD Max	Maladies infectieuses
MOREAU René	Hydraulique (INP)
NEGRE Robert	Mécanique
PARAMELLE Bernard	Pneumologie
PECCOUD François	Analyse (IUT B)

MM.	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Mle	PIERY Yvette	Biologie animale
MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	ROUGEMONT (DE) Jacques	Neuro-Chirurgie
	SHAN Jean-Claude	Chimie générale
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	SIDNEY STUARD	Mathématiques pures
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
M.	LACOUME Jean-Louis	Electrotechnique
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Je remercie Monsieur le Professeur L. NEEL de m'avoir accueilli au Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble.

Je remercie Monsieur D. DAUTREPPE et Monsieur J. PAULEVE qui ont permis cette étude.

Le Professeur A. LACAZE et G. KUHN, Maître de Conférence ont bien voulu faire partie du Jury, qu'ils acceptent mes remerciements.

Je remercie le Professeur P. GOBIN pour les discussions fructueuses que nous avons eues.

Monsieur P. MOSER m'a suivi au cours de cette étude et soutenu devant les difficultés ; je l'en remercie vivement.

Que tous ceux qui m'ont aidé au cours de cette Thèse en soient remerciés :

J. HILLAIRET, R. PICHON que j'ai souvent importunés par de nombreuses questions,

G. CASALI dont les connaissances techniques et la patience ont facilité la réalisation des expériences,

Le secrétariat de Physique du Solide, le personnel du Pool dactylographique et de l'imprimerie,

Et tous ceux que j'oublie de citer.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

PREMIERE PARTIE

Chapitre 1 : Propriétés des gaz rares solides

1.1. Interaction entre atomes de gaz rares

1.1.1. Forces à longues distances
1.1.2. Forces à courtes distances
1.1.3. Potentiels semi-empiriques

1.2. Propriétés des gaz rares solides

1.2.1. Structure
1.2.2. Choix de l'Argon

1.3. Propriétés de l'Argon

1.3.1. Propriétés thermodynamiques
1.3.2. Propriétés mécaniques
1.3.3. Lacunes
1.3.4. Impuretés de substitution

Conclusion

Chapitre 2 : Rappel sur le frottement interne

2.1. Définition
2.2. Méthodes de mesure

2.2.1. Oscillations entretenues
2.2.2. Oscillations libres
2.2.3. Oscillations forcées

2.3. Principaux types de frottement interne

2.3.1. Relaxation et anélasticité
2.3.2. Hystérésis mécanique
2.3.3. Autres types de frottement interne

2.4. Effet Zener

2.4.1. Théorie des paires
2.4.2. Théorie du changement d'ordre à courte distance
2.4.3. Temps de relaxation

DEUXIEME PARTIE

Chapitre 3 : Mesures de frottement interne

3.1. Pendule de torsion 1 Hz

3.1.1. Description du pendule
3.1.2. Système automatique de mesure

3.2. Pendule de torsion 50 Hz
3.3. Régulation de température

Chapitre 4 : Fabrication des échantillons

4.1. Formation du cristal

4.1.1. Argon pur
4.1.2. Alliages

4.2. Essais préliminaires

4.2.1. Démoulage par fusion en surface
4.2.2. Démoulage en place par fusion en surface
4.2.3. Démoulage à basse température

4.3. Cristal dans un tube

4.3.1. Principe
4.3.2. Réalisation

4.4. Cristal avec embouts

4.4.1. Echantillon
4.4.2. Etude des embouts

TROISIEME PARTIE

CHAPITRE V

ARGON PUR

5.1. Résultats expérimentaux

5.1.1. Frottement interne et module au cours d'une montée en température

5.1.2. Variation du frottement interne avec la vitesse de montée en température

5.1.3. Variation du frottement interne avec l'amplitude de déformation

5.1.4. Mesures complémentaires

5.2. Contraintes thermiques

5.2.1. Diffusion thermique dans l'Argon

5.2.2. Contrainte thermique

5.2.3. Effets de la contrainte thermique

5.3. Application aux isothermes

5.3.1. Etablissement du gradient

5.3.2. Relaxation au cours de l'isotherme

5.3.3. Conclusion

5.4. Etude du spectre

5.4.1. Modèle proposé

5.4.2. Application au cas de l'Argon solide

5.4.3. Conclusion

CHAPITRE VI

ALLIAGES

6.1. Argon pur
6.2. Alliage Argon Krypton
6.3. Conclusion

CONCLUSION

INTRODUCTION

Les théories actuelles des défauts dans les métaux sont plus ou moins entachées d'erreur car elles ne savent pas introduire correctement la présence d'électrons libres. Dans les gaz rares les électrons sont liés, c'est pourquoi les théories semblent plus adaptées à ce type de solide.

Les expériences réalisées sur les gaz rares solides ne traitent des défauts (principalement les lacunes) que pour expliquer les anomalies observées dans le comportement de certains paramètres : chaleur spécifique, coefficient de dilatation. Les calculs théoriques diffèrent sensiblement des résultats expérimentaux.

Le but de cette étude, par la technique du frottement interne, est de traiter les défauts dans les gaz rares solides ; elle a été possible grâce à l'appareillage de mesure à basse température existant dans le laboratoire de Physique du Solide. Elle doit permettre une vérification des théories ainsi qu'une approche des potentiels d'interaction.

Cette thèse constitue la première étape de l'étude. Notre travail a consisté en une mise au point des expériences de frottement interne (préparation et montage d'échantillons) et en l'obtention des premiers résultats.

Dans une première partie nous présentons les principales propriétés des gaz rares solides ainsi que des rappels sur les théories du frottement interne dans les métaux. La deuxième partie décrit les méthodes expérimentales. Ensuite nous présentons les résultats obtenus et l'interprétation que nous en donnons.

PREMIERE PARTIE

CHAPITRE I

PROPRIETES DES GAZ RARES SOLIDES

On admet généralement que les interactions dans les gaz rares solides sont représentées correctement par des forces centrales additives à deux corps. Après un rappel sur l'origine de ces forces nous présenterons les divers potentiels semi empiriques utilisés.

Les propriétés de la phase solide ont été étudiées par de nombreux chercheurs qui se sont généralement limités aux expériences ne nécessitant pas la manipulation des cristaux.

1.1. Interactions entre atomes de gaz rares

Les atomes de gaz rares sont électriquement neutres et de symétrie sphérique, il n'est donc pas possible d'introduire classiquement les forces d'interaction.

1.1.1. Forces à longues distances

Ces forces, appelées forces de Van der Walls,sont dues principalement à l'interaction dipole induit-dipole induit. Ces dipoles apparaissent en considérant l'atome comme une distribution oscillante de charges ce qui est directement relié au principe d'incertitude. La valeur moyenne pour un atome isolé est nulle mais la présence d'un atome voisin crée une polarisation donc une interaction.

Une première approche peut être faite en considérant les atomes comme des oscillateurs harmoniques à une dimension. BORN [5] a montré que l'énergie minimale de deux oscillateurs en interaction à une distance r, grande par rapport à l'amplitude d'oscillation, est, pour l'état fondamental :

$$E_{oo}(r) = \hbar\omega_o - \hbar\omega_o \cdot \frac{e^4}{8m^2\omega_o^4} \cdot \frac{1}{r^6}$$

où l'on peut considérer que $U(r) = -\alpha r^{-6}$ joue le rôle d'une énergie potentielle.

LONDON et EISENSCHITZ [6] ont fait le premier calcul quantique des forces de Van der Walls pour le cas de deux atomes suffisamment éloignés pour qu'il n'y ait pas de recouvrement des orbitales. Les fonctions propres du système sont données par le produit des fonctions propres de chaque atome. L'hamiltonien de couplage est limité aux moments dipolaires donc proportionnel à $\frac{1}{r^3}$. Le calcul des perturbations sur le fondamental conduit à un premier ordre nul car les valeurs moyennes des moments sont nulles ; le second ordre donne une énergie potentielle:

$$U(r) = \Delta W = -\frac{K}{r^6} \quad \text{avec } K > 0$$

MARGENAU [7] a perfectionné le calcul en introduisant les moments quadrupolaires ; il trouve une énergie potentielle de la forme :

$$U(r) = -\frac{C_1}{r^6} + \frac{C_2}{r^8} + \frac{C_3}{r^{10}}$$

que l'on utilise généralement sous la forme :

$$U(r) = -\frac{C}{r^6} \quad \left(C = C_1 + \frac{C_2}{r_m^2} + \frac{C_3}{r_m^4}\right)$$

Les valeurs de ces différentes constantes sont données dans le tableau 1.

DALGARNO et DAVISON [8] présentent les différentes méthodes de calcul des forces à longue distance.

1.1.2. Forces à courtes distances

Ces forces, dues principalement au recouvrement des orbitales, sont répulsives (principe de Pauli).

TABLEAU 1.1. - FORCES A LONGUE DISTANCE

d'après MARGENAU [7]

	R_m (Å)	$C_1 \times 10^{60}$ (erg cm^6)	$C_2 \times 10^{76}$ (erg cm^8)	$C_3 \times 10^{92}$ (erg cm^{10})	$C \times 10^{60}$ (erg cm^6)
He	3,0	1,23	1,89	1,65	1,46
Ne	3,2	4,67	6,9	5,3	5,38
Ar	3,8	55,4	120	136	64,4
Kr	4,0	107	275	370	125
Xe	4,4	233	710	1120	273

Dans le cas d'orbitales non déformées la force est proportionnelle au recouvrement, ce qui, pour une distribution exponentielle de charge, donne une force qui décroît exponentiellement avec la distance.

Le calcul quantique est plus difficile que dans le cas des forces à longues distances. On utilise généralement l'approximation adiabatique qui permet de considérer les noyaux fixes. Pour calculer les fonctions d'onde électroniques MARGENAU [9] utilise la méthode de Heitler-London et celle des orbitales moléculaires dans l'approximation de Hartree Fock. Il traite le cas d'atomes d'hydrogène et d'hélium.

Lorsque le nombre d'électrons augmente ces calculs sont beaucoup trop difficiles pour être utilisables. Avec des approximations supplémentaires, GILBERT et WAHL [10] ont calculé l'énergie potentielle pour les atomes de néon et argon.

Le calcul fait par la méthode des combinaisons linéaire d'orbitales atomiques en négligeant l'interaction noyau noyau conduit à une forme exponentielle pour les forces répulsives [14].

La méthode statistique de Thomas-Fermi-Dirac permet le calcul, pour les atomes complexes, des limites inférieures et supérieures de l'énergie de liaison [11, 12, 13].

Les résultats obtenus pour l'argon sont reportés sur la figure 1.

1.1.3. Potentiels semi empiriques

Entre deux atomes de gaz rares, les considérations théoriques conduisent à un potentiel de la forme :

$$U(r) = b \exp(-\frac{r}{\rho}) - \frac{C}{r^6}$$

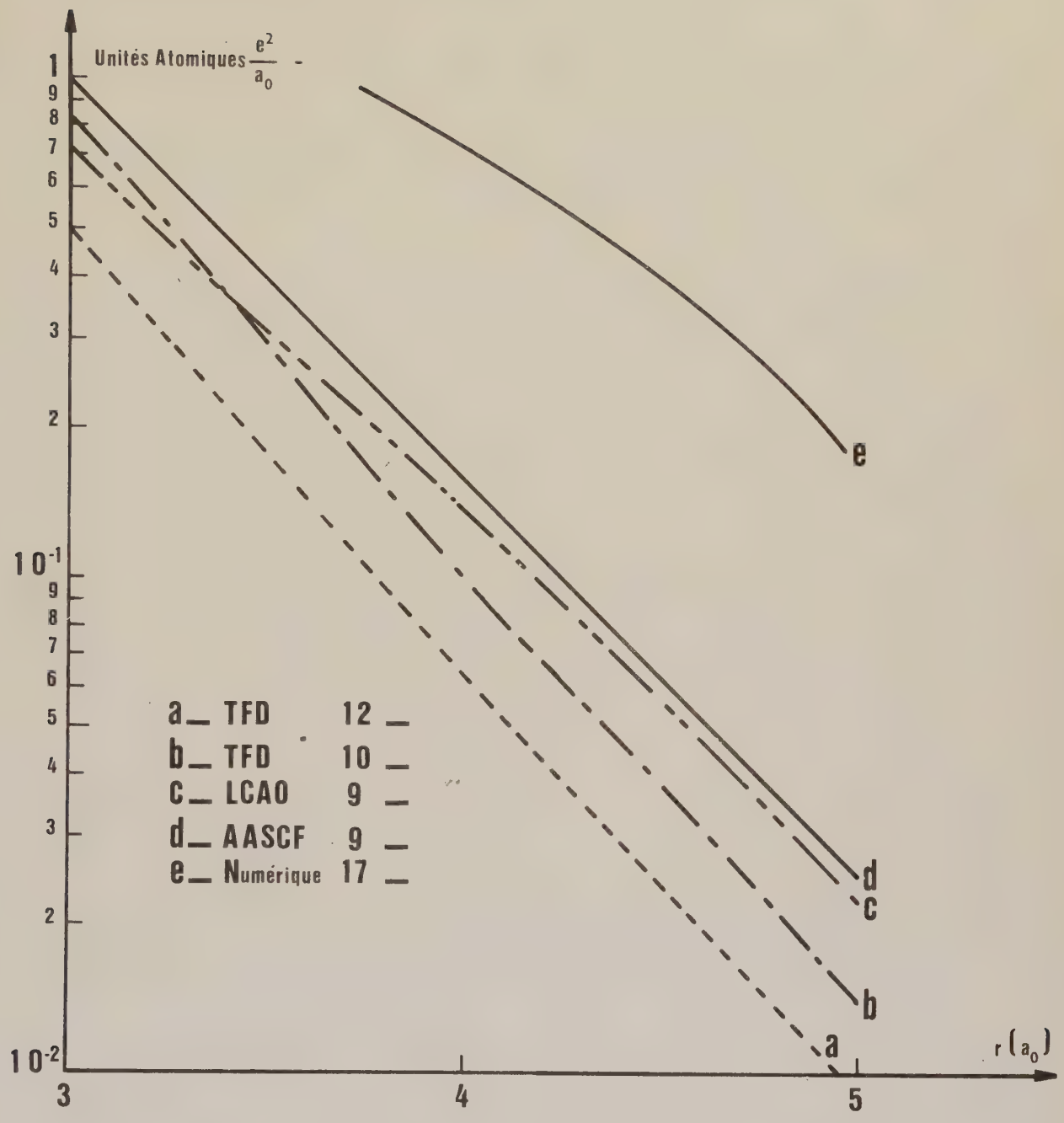


Fig. 1-1 - Forces à courte distance

Pour simplifier les calculs des propriétés du cristal on préfère utiliser le potentiel de MIE [15].

$$U(r) = \frac{A}{r^n} - \frac{B}{r^m} \qquad (n > m)$$

LENNARD-JONES [16] prend n = 12 et m = 6. PARSON [17] pour expliquer ses expériences de collision utilise n = 20.

D'autres formes sont utilisées ; nous en donnons une liste dans le tableau 2. DYMOND et ALDER [18] ont déterminé un potentiel numérique qu'ils utilisent dans la phase gazeuse. Cependant, les valeurs choisies pour les paramètres sont plus importantes que la forme du potentiel ; HENDERSON et WERTHEIM [19] ont obtenu de bons résultats en prenant un potentiel carré.

Les valeurs des constantes sont déterminées à partir des résultats expérimentaux ; pour le solide on utilise généralement les valeurs à 0°K :

- paramètre cristallin
- énergie de sublimation
- compressibilité

Le fait d'utiliser pour tous les gaz rares un potentiel additif ayant la même forme analytique permet de définir une équation d'état en coordonnées réduites :

$$P^* = f(V^*, T^*)$$

Donc connaissant des résultats pour un corps on peut déterminer les résultats équivalents pour les autres gaz rares ; c'est la loi des états correspondants.

Pour expliquer certains écarts à cette loi de BOER [20] a introduit la longueur d'onde de de Broglie

$$\bar{\lambda} = \frac{h}{(m\varepsilon)^{1/2}}$$

Dénomination	Forme générale U(r)	Réf.
Mie Lennard-Jones	$\varepsilon \frac{nm}{m-n} \left[m^{-1} \left(\frac{r_o}{r}\right)^m - n^{-1} \left(\frac{r_o}{r}\right) \right]^n$ $(n > m)$	23, 24, 25, 26
Buckhingam	$- A\, r^{-6} + AB \exp\left(\frac{-r}{\rho}\right)$	27, 28, 29
Kihara ou "coeur dur"	$\varepsilon_o' \left[\left(\frac{\rho_o}{r - r_a}\right)^{12} - 2 \left(\frac{\rho_o}{r - 2a}\right)^6 \right]$ $(r > 2a)$	30, 31
Barker Pompe	$\varepsilon_o \left\{ \exp\left[\alpha (1 - r)\right] \times \sum_{n=0}^{L} A_n (1-r)^n - \sum_{n=0}^{2} \frac{C_{2n+6}}{\delta + r^{2n+6}} \right\}$	32
12 - 9 - 6	$\frac{A}{r^{12}} + \frac{B}{r^9} + \frac{C}{r^6}$	36
Morse	$\varepsilon \cdot \left\{ \exp -2\left[\left(\frac{C}{\sigma}\right)(r^{jj'} - r_m)\right] - 2 \exp\left[- \left(\frac{C}{\sigma}\right)(r^{jj'} - r_m)\right] \right\}$	33, 34, 35
Guggenheim	$- \varepsilon + k \left(\frac{r - r_o}{r_o}\right)^2 - \alpha \left(\frac{r - r_o}{r_o}\right)^3 + \beta \left(\frac{r - r_o}{r_o}\right)^4$ et $- \lambda\, r_o^{\,6}\, r^{-6}$ pour $r \geqslant 1{,}4\, r_o$	37

L'équation d'état devient :

$$P^* = F(V^*, T^*, \lambda^*)$$

La loi est bien vérifiée pour les gaz rares lourds : Argon, Krypton, Xénon [21, 22].

1.2. Propriétés des gaz rares solides

1.2.1. Structure

Les calculs effectués à partir des potentiels semi empiriques montrent que la structure hexagonale compacte (h.c.p.) est la plus stable [1] ; or seul l'hélium cristallise sous cette forme, tous les autres sont cubiques à faces centrées (c.f.c.).

JANSEN [38] montre que la structure c.f.c. devient la plus stable si on supprime l'additivité des forces à longue distance et si l'on introduit l'énergie d'oscillation à 0°K.

MARGENAU [9] pense qu'il faut faire intervenir les forces à courte distance à 3 et 4 corps.

La différence d'énergie entre les deux phases étant petite :

$$\frac{\Delta U}{U} \sim 0,1\%$$

on utilise cependant les potentiels additifs pour calculer les propriétés des gaz rares solides. Confirmant les calculs, les expériences de diffraction des rayons X montrent la présence de nombreuses fautes d'empilement. Dans des monocristaux d'Argon PETERSON et al [39] ont noté des domaines séparant deux zones de même orientation.

1.2.2. Choix de l'Argon

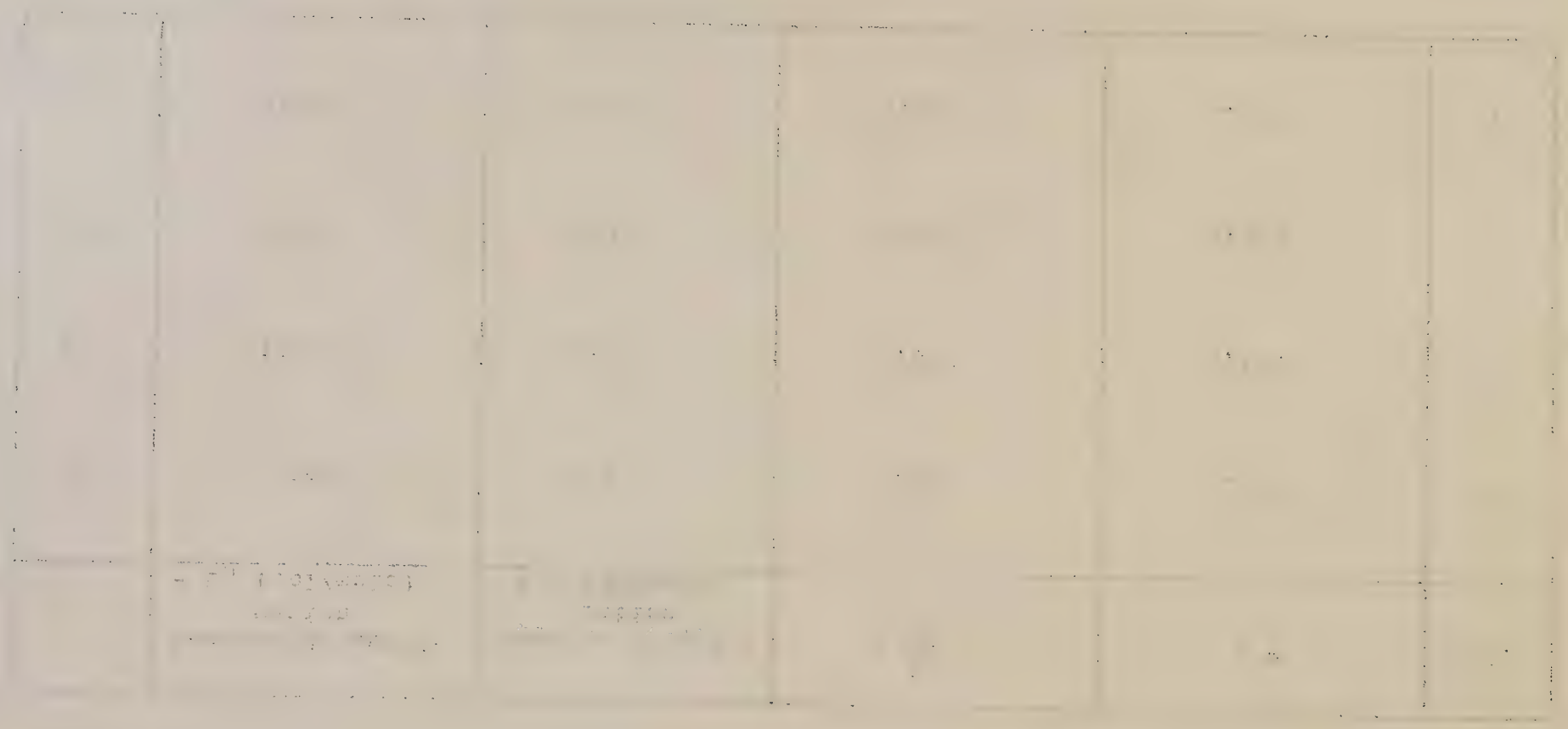
Pour faire notre étude nous avons utilisé l'Argon car il présente des caractéristiques favorables. Les valeurs qui ont guidé notre choix sont données dans les tableaux 3 et 4.

TABLEAU 1.3.

	POINT TRIPLE		EBULLITION	POINT CRITIQUE		Réf.
	T_T (°K)	P_T (mm Hg)	T_E (°K)	T_C (°K)	P_C (atm)	
Ne	24,56	323,5	27,07	44,5	25,9	3
Ar	83,810	516,86	87,293	150,9	48,3	3
	83,745	516,51				23
	83,805	517,14				26
Kr	115,78	548,7	119,81	209,4	54,3	3
Xe	161,37	612,3	165,04	57,6	289,8	3

TABLEAU 1.4. - PROPRIETES à 0°K

	Energie de sublimation $-L_o$ (cal/mole)	Energie d'oscillation E_z (cal/mole)	$-\frac{E_z}{L_o}$	λ *	Réf.
Ne	450	140	0,31	0,59	2
Ar	1850	180	0,097	0,184	1
Kr	2666	140	0,052	0,101	3
X_e	3830	120	0,031	0,062	1



L'énergie d'oscillation à 0°K donnée par :

$$E_Z = \frac{9}{8} N k \theta_{D\infty}$$

est une mesure des effets quantiques dans le corps considéré. La valeur de E_Z étant importante dans le néon par rapport à l'énergie de sublimation, nous n'avons pas voulu étudier ce corps qui a, en plus,une température de fusion basse.

Seul le facteur prix est intervenu entre Argon, Krypton, et Xénon ; un échantillon d'Argon revient à 5 F, 150 F pour le Krypton et 1500 F pour le Xénon.

1.3. Propriétés de l'Argon

Certaines propriétés physiques de l'Argon solide ont été beaucoup étudiées et les articles de DOBBS [1], HOLLIS HALLET [2] et POLLACK [3] présentent les principaux résultats expérimentaux. HORTON [4] s'est attaché à les comparer avec les résultats théoriques obtenus à partir des potentiels semi empiriques. Aussi, plutôt que de présenter tous ces résultats, nous indiquerons seulement les principales caractéristiques.

1.3.1. Propriétés thermodynamiques

La conductivité thermique de l'Argon est faible. Elle passe, à 8°K, par un maximum de 38 $mW.cm^{-1}.°K^{-1}$ [3]. Dans notre zone d'étude elle est donnée par l'équation:

$$\sigma(mW.cm^{-1}.°K^{-1}) = \frac{250}{T}$$

Elle est du même ordre de grandeur que celle de l'acier inoxydable.

PETERSON et al [40] ont mesuré la variation du paramètre cristallin en fonction de la température ; ils présentent les valeurs des chaleurs spécifiques, des coefficients de dilatation et de la compressibilité. Le comportement de l'Argon est différent de celui des matériaux usuels : la compressibilité

est 10 fois plus grande que celle du chlorure de sodium, les coefficients de dilatation 100 fois plus grands que ceux des métaux à la même température. En fait, la dilatation totale, entre 0°K et la température de fusion, est du même ordre de grandeur que celle des métaux.

La pression de vapeur saturante est aussi très élevée (tableau 5).

Ces différences de comportement par rapport aux matériaux usuels entraînent des difficultés supplémentaires dans la réalisation des expériences.

1.3.2. Propriétés mécaniques

Les constantes élastiques ont été mesurées par la méthode de pulses d'ultrasons [41 à 44]. Les valeurs sont données dans le tableau 6. La déviation à la loi de Cauchy s'explique par l'importance de l'énergie d'oscillation à 0°K.

SPARKES et JONES [45] ont mesuré la vitesse de propagation des ondes transverses par une méthode intéressante. L'échantillon est soumis à des oscillations en torsion ; une bobine, noyée dans la masse du cristal, permet l'excitation et la détection. Ils ne se sont pas intéressés au frottement interne.

LEONTEVA et al [46] ont fait des expériences de traction et de relaxation de la contrainte sur des échantillons polycristallins. Ils ont mis en évidence la transition fragile-ductile entre 54 et 65°K. Les valeurs obtenues pour la limite élastique sont reportées figure 2.

1.3.3. Lacunes

De nombreuses études ont été effectuées sur les propriétés des lacunes tant du point de vue théorique qu'expérimental. La concentration est calculée à partir de deux types d'expériences.

TABLEAU 1-5. - PRESSION DE VAPEUR SATURANTE. (m.m Hg)

T (°K)	30	40	50	60	70	80	83
P (mm Hg) [21]	8.10^{-6}	2.10^{-3}	0,2	7	57	300	464

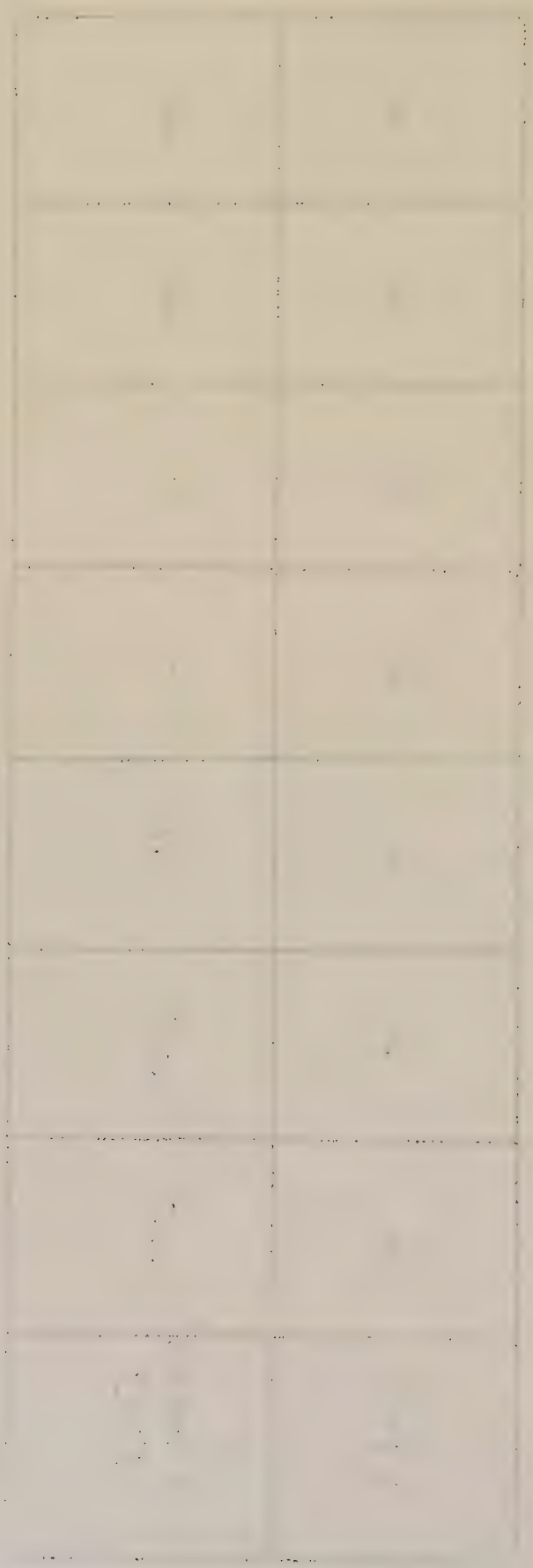
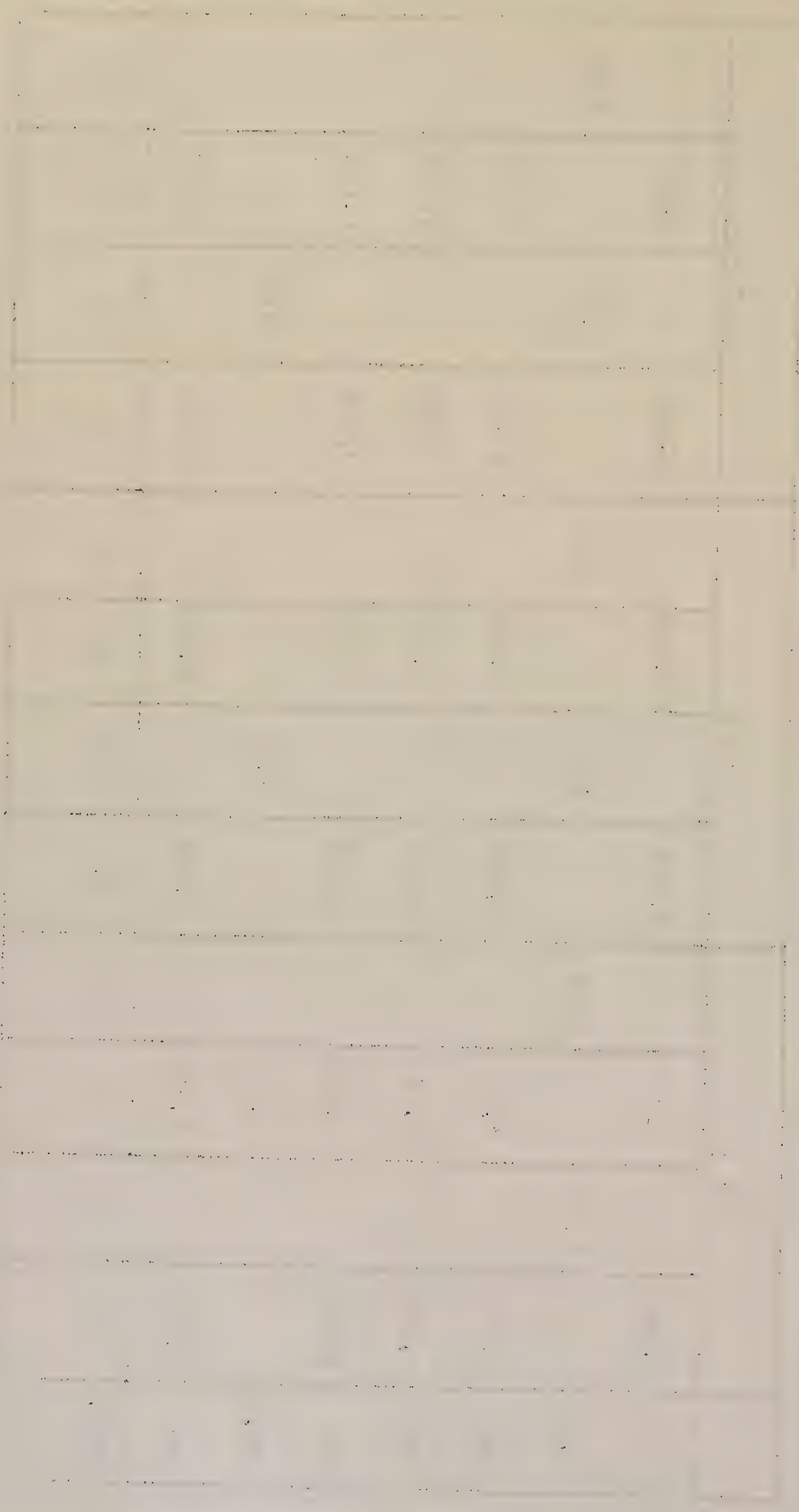


TABLEAU 1-6. - CONSTANTES ELASTIQUES (10^{10} dynes/cm^2)

	C_{11}				C_{12}				C_{44}			
0	4,820		4,39		1,277		1,826		1,235		1,637	
4,2		5,29		3,67		1,35		1,74		1,59		2,34
20	4,690		4,2		1,225		1,609		1,215		1,539	
40	4,389		3,766		1,145		1,766		1,110		1,345	
60	3,758		3,240		1,226		1,628		0,929		1,121	
76,8			3,35			1,01				0,95		
80	2,934		2,702		1,522		1,390		0,618		0,887	
Réf.	41	42	43	44	41	42	43	44	41	42	43	44



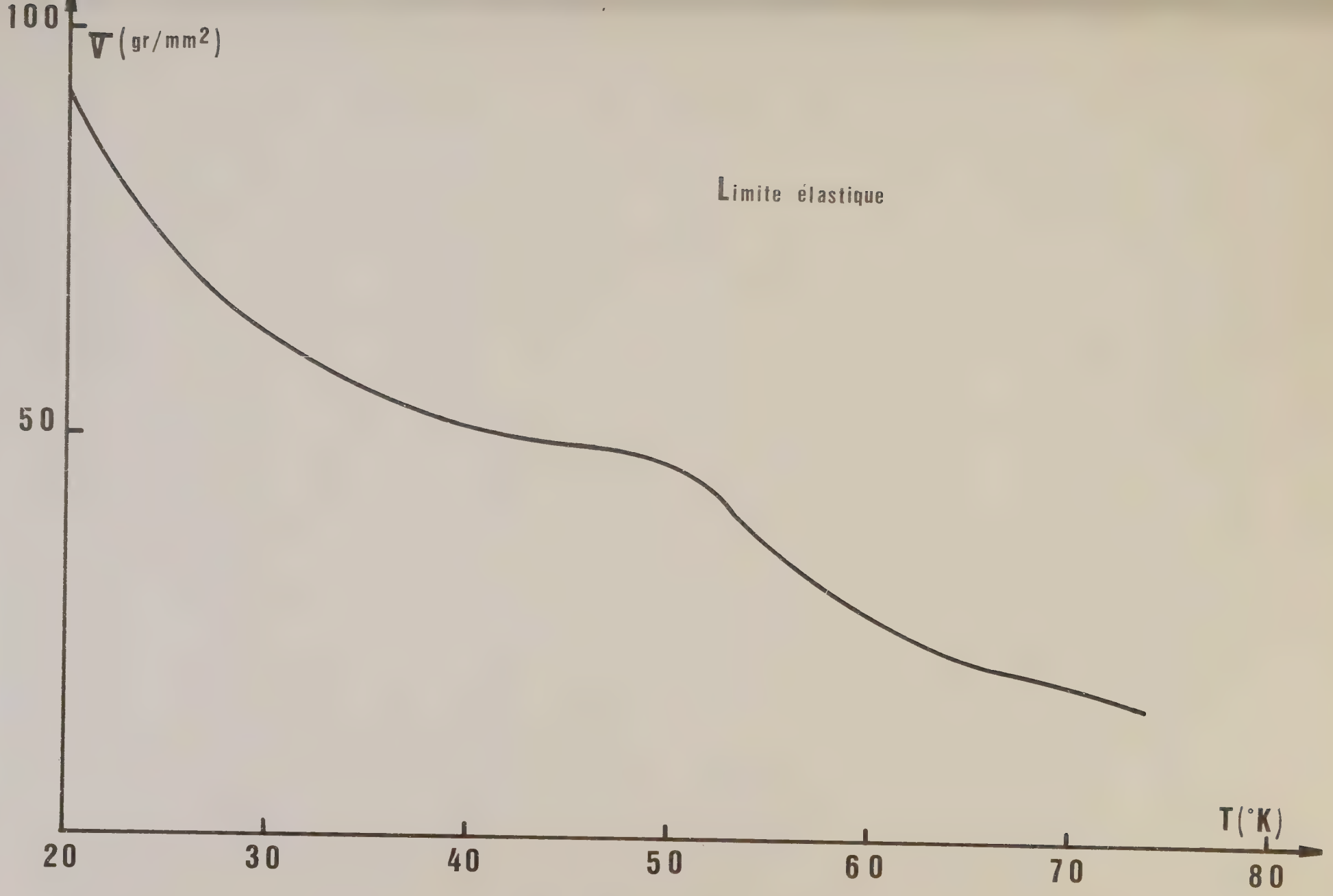


Fig. 1-2 - d'après 46

PRITCHARD et GUGAN [47] déterminent la concentration en comparant les variations du paramètre cristallin et de la longueur de l'échantillon en fonction de la température.

$$\left(\frac{n}{N}\right) \frac{h}{3kT^2} = \frac{1}{l_o} \frac{\partial l}{\partial T} \Big)_P - \frac{1}{a_o} \frac{\partial a}{\partial T} \Big)_P$$

ou h est l'enthalpie de formation des lacunes et $\frac{n}{N}$ la concentration.

CERNUSCHI et BANCHIK [48] montrent que si ΔC_p est l'accroissement de C_p dû à la formation des lacunes.

$$\Delta C_p = \left(\frac{n}{N}\right) \frac{E_f^2}{k^2 T^2} R$$

avec E_f énergie de formation des lacunes.

LOSEE et SIMMONS [22] décrivent les différents modèles utilisés pour le calcul.

Les valeurs obtenues diffèrent sensiblement : la concentration de lacunes à 80°K est comprise entre 10^{-5} et 10^{-2}. Le volume de formation à cette température semble plus grand qu'un volume atomique mais nous ne pouvons pas donner un ordre de grandeur. La valeur de l'énergie de formation calculée à partir des potentiels est plus grande que celle déterminée expérimentalement.

E_f théorique = 0,17 eV [49]

E_f expérimentale = 0,053 eV [47]

BURTON et JURA [49] ont montré que l'énergie de formation d'une lacune est plus faible près d'un atome de Krypton en substitution dans le cristal d'Argon.

WEHR et al [50], après irradiation aux électrons, ont déterminé l'enthalpie de migration des interstitiels et des lacunes par des mesures d'énergie stockée. Ils trouvent 0,13 eV pour les lacunes et 0,058 eV pour les interstitiels.

1.3.4. Impuretés de substitution

Toutes les impuretés étudiées se mettent en substitution.

a) O, N

L'addition d'un de ces éléments fait apparaître un changement de phase c.f.c-h.c.p à haute température même pour de faibles concentrations [51 à 54]. La transformation est qualifiée de "massive" soit : une transformation martensitique accompagnée de quelques sauts atomiques.

b) Ne, Kr

L'alliage Argon-Krypton forme une solution solide quelle que soit la concentration. CURZON et MASCALL [55] par diffraction électronique n'ont pas mis de surstructure en évidence. Par contre, l'alliage ne se comporte pas comme une solution idéale : on observe un écart à la loi de Vegard.

Le Néon n'est pas miscible dans l'Argon ; on observe [55] la séparation en deux phases dont l'une est constituée de Néon pur.

Conclusion

Nous avons choisi l'Argon pour notre étude en raison de sa température de solidification, de sa faible énergie d'oscillation et de son prix.

Les propriétés que nous avons décrites peuvent être rapprochées de celles des métaux si nous les comparons sur toute l'échelle de température. Cependant, nous pouvons nous attendre à certains comportements différents dans quelques domaines.

CHAPITRE II

RAPPELS SUR LE FROTTEMENT INTERNE

2.1. Définition

Un solide parfaitement élastique obeit à la loi de HOOKE.

$$\sigma = M\varepsilon$$

ou σ est la contrainte, ε la déformation et M le tenseur des coefficients élastiques. Si nous lui appliquons une contrainte cyclique il va vibrer, dans le domaine élastique, sans perte d'énergie (nous négligeons le frottement visqueux avec l'atmosphère).

Par contre, un solide réel soumis à des contraintes cycliques absorbe de l'énergie. C'est cette propriété que nous appelons FROTTEMENT INTERNE, il apparaît même pour des niveaux de déformation extrêmement bas.

Cette perte d'énergie peut se traduire de différentes façons :

1) échauffement du corps solide
2) amortissement d'un système oscillant isolé du milieu ambiant
3) limitation de l'amplitude des oscillations d'un corps en résonance
4) amortissement dans la transmission des ondes élastiques

2.2 Méthodes de mesure

2.2.1. Oscillations entretenues

Au cours d'un cycle l'énergie élastique est :

$$W = \int_0^A \sigma \, d\varepsilon = \int_0^A M\varepsilon d\varepsilon = \frac{1}{2} M A^2$$

A est l'amplitude maximum de la déformation. Si ΔW est l'énergie par cycle :

$$\frac{\Delta W}{W} = 2 \frac{\Delta A}{A}$$

En supposant que ΔW est entièrement transformé en chaleur dans le solide, on pourrait le déduire de l'accroissement en température de l'échantillon. Mais nous remarquerons que ΔW est égal à $\Delta W'$, énergie qu'il faut fournir au solide pour maintenir l'amplitude constante.

La méthode des oscillations entretenues mesure $\Delta W'$.

2.2.2. Oscillations libres

Nous introduisons le décrément logarithmique δ, des oscillations libres, défini par :

$$\delta = \ln \frac{A_n}{A_{n+1}}$$

que l'on peut écrire :

$$\delta = \ln \frac{A_{n+1}+\Delta A}{A_{n+1}}$$

soit si ΔA est petit :

$$\delta \neq \frac{\Delta A}{A}$$

2.2.3. Oscillations forcées

Soumettons l'échantillon à une sollicitation alternative de fréquence variable et d'amplitude constante, l'amplitude de vibration sera maximum lorsque la fréquence d'excitation est égale à la fréquence de résonance de l'échantillon ω_R.

Pour mesurer, le frottement interne on utilise, par analogie électrique :

$$Q^{-1} = \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\Delta\omega}{\omega_R}$$

$\Delta\omega$ est la largeur à mi-hauteur du pic de résonance.

Ces trois méthodes sont équivalentes.

$$Q^{-1} \# \frac{\delta}{\pi} \# \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W}$$

Par la suite nous utiliserons le plus souvent Q^{-1}.

2.3. Principaux types de frottement interne

2.3.1. Relaxation et anélasticité

Un solide réel n'obeit pas à la loi de HOOKE. Divers modèles ont été proposés pour représenter le comportement anélastique des matériaux :

- Modèle de Voigt

$$\sigma = M\varepsilon + f\dot{\varepsilon}$$

- Modèle du "solide linéaire standard" [56]

$$\sigma + \tau_1 \frac{d\sigma}{dt} = M_R(\varepsilon + \tau_2 \frac{d\varepsilon}{dt}) \qquad (1)$$

a) Contrainte ou déformation constante

Si au temps $t = 0$, nous appliquons une contrainte σ_o l'équation (1) se résoud facilement :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_o + (\varepsilon_\infty - \varepsilon_o)[1 - \exp(-\frac{t}{\tau_2})] \qquad (2)$$

ou

$$\varepsilon_\infty = \frac{\sigma_o}{M_R}$$

et

$$\varepsilon_o = \frac{\sigma_o}{M_I}$$

M_R, le module relaxé, caractérise la déformation totale et M_I, le module instantané, la déformation purement élastique.

L'équation (2) est celle du traînage élastique à charge constante (fig. 1).

M_R et M_I sont reliés aux temps de relaxation τ_1 et τ_2 par :

$$M_I = M_R \frac{\tau_2}{\tau_1}$$

On définit l'intensité de relaxation Δ_M :

$$\Delta_M = \frac{M_I - M_R}{M_R} = \frac{\tau_2 - \tau_1}{\tau_1}$$

b) Contrainte et déformation cycliques

Considérons le cas d'une contrainte alternative :

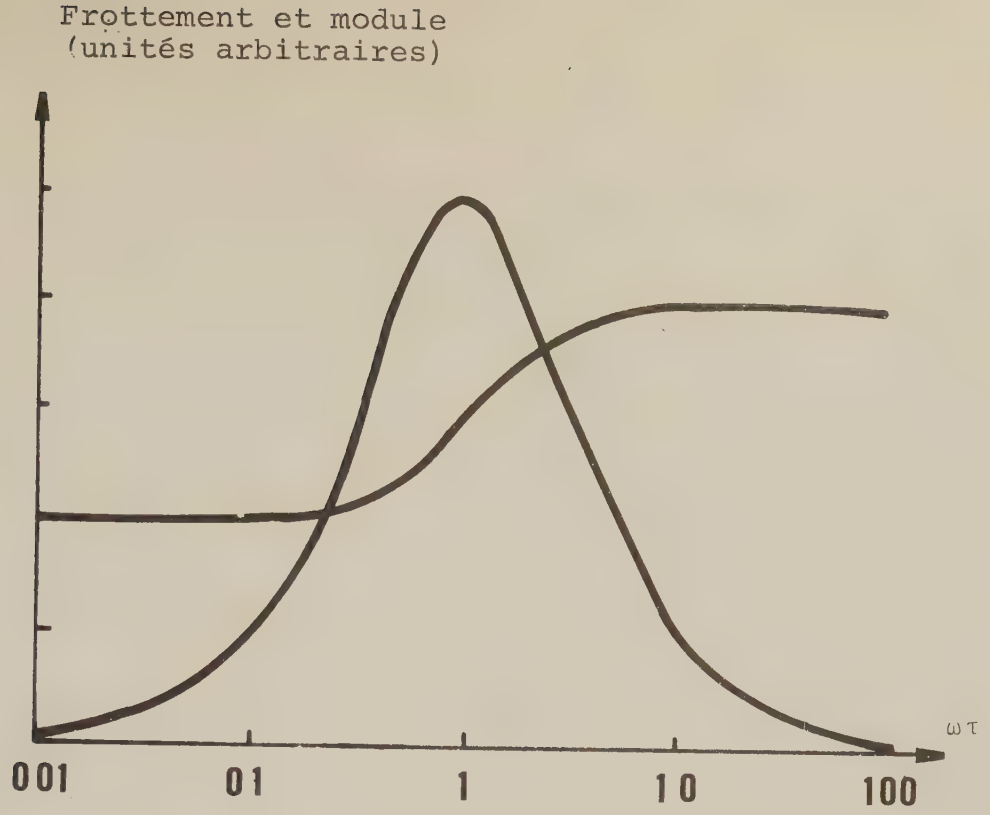
$$\sigma = \sigma_o \, e^{i\omega t}$$

Par suite des effets de relaxation, il existe un déphasage entre déformation et contrainte.

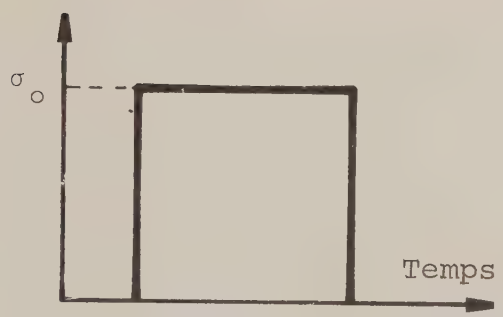
$$\varepsilon = \varepsilon_o \, e^{i(\omega t - \varphi)}$$

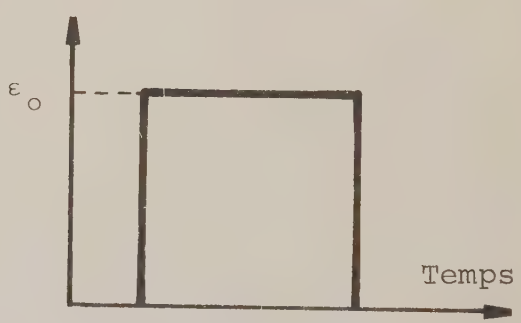
Si nous reportons ces deux expressions dans (1) nous obtenons :

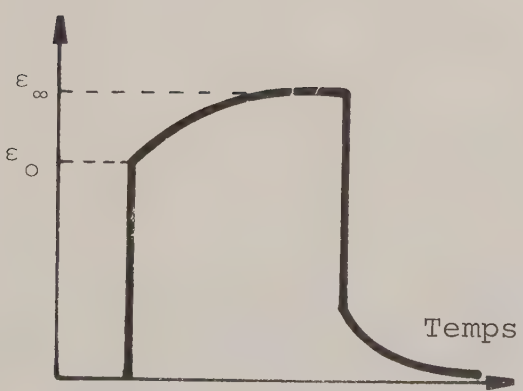
$$\sigma = M_R \frac{1+i\omega\tau_2}{1+i\omega\tau_1} \, \varepsilon$$

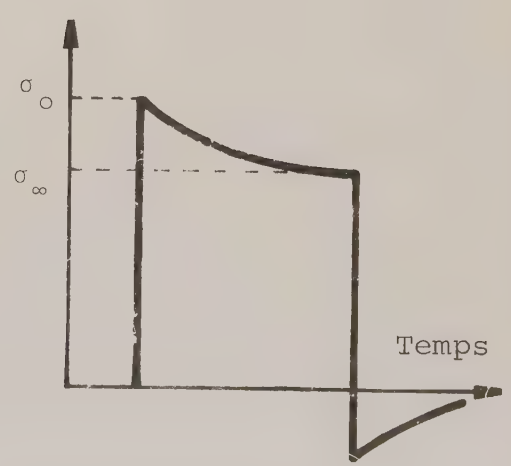


Pic de frottement interne et variation de module









Relaxation de la déformation

Relaxation de la contrainte

Fig.2-1

Le déphasage est donné par l'argument du module complexe

$$\mathcal{M} = M_R \frac{1+i\omega\tau_2}{1+i\omega\tau_1}$$

soit :

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{\omega(\tau_2-\tau_1)}{1+\omega^2\tau_1\tau_2}$$

et en posant $\tau = (\tau_1\tau_2)^{1/2}$

$$\operatorname{tg}\varphi = \frac{\Delta_M}{\sqrt{1+\Delta_M}} \frac{\omega\tau}{1+\omega^2\tau^2} \qquad (3)$$

La perte d'énergie par cycle est :

$$dW = \int_{t=o}^{\frac{2\pi}{\omega}} \sigma \, d\varepsilon = \sigma_o \varepsilon_o \, \pi \sin \varphi$$

et l'énergie élastique

$$W = \frac{1}{2} \sigma_o \, \varepsilon_o$$

Si φ est petit, en assimilant le sinus et la tangente à l'angle :

$$\frac{dW}{W} = 2\pi \varphi = 2\pi \, Q^{-1}$$

donc

$$Q^{-1} = \operatorname{tg} \varphi$$

c) Pic de relaxation

La dérivée, par rapport à ω, de tg φ nous montre que le frottement interne, dû à un phénomène de relaxation, présente un maximum pour $\omega\tau = 1$ et tend vers zéro à basses et hautes fréquences. Nous décrivons un pic de frottement interne (fig. 1).

A haute fréquence aucune relaxation n'est possible : la période est petite par rapport au temps de relaxation. Le comportement du matériau est essentiellement élastique, donc le frottement interne nul. A basse fréquence, la relaxation se produit complétement, il n'y a pas de déphasage.

La relation (3) est symétrique en ω et τ ; on peut donc décrire le pic en faisant varier τ.

Un pic de relaxation est souvent relié à des sauts atomiques, or la fréquence de saut, Γ, varie avec la température par l'intermédiaire du facteur de Boltzman :

$$\exp(-\frac{E_A}{kT})$$

ou E_A est l'énergie d'activation du phénomène. Donc τ va varier avec la température selon une loi d'Arrhénius:

$$\tau = \tau_o \exp(+\frac{E_A}{kT})$$

En exemple, nous étudierons le pic de ZENER dans les alliages de substitutions binaires (§ 2.4).

2.3.2. Hystérésis mécanique

Il y a hystérésis mécanique lorsque la relation entre σ et ε est une fonction multivalente et n'implique plus les dérivées par rapport au temps. C'est un processus irréversible donc dépendant de l'amplitude. Comme la relation $\sigma - \varepsilon$ est indépendante du temps, le frottement interne dû à l'hystérésis est indépendant de la fréquence.

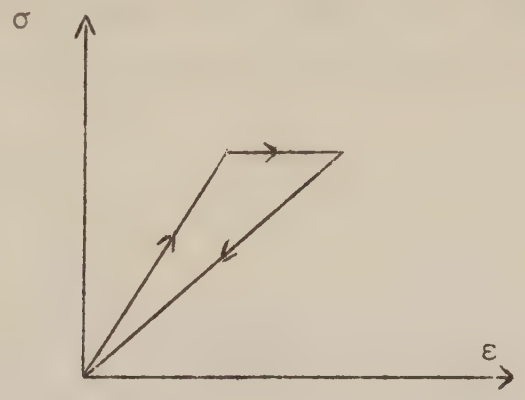
Le désancrage des dislocations peut donner lieu à un phénomène d'hystérésis.

Le long d'une ligne de dislocation il existe :

- des points d'ancrage résistants formés par les noeuds du réseau de dislocations

- des points d'ancrage peu résistants constitués de défauts ponctuels

Sous l'action d'une contrainte $\sigma > \sigma_c$ il peut se produire un désancrage aux points peu résistants. Au moment du désancrage la déformation augmente sans augmentation de la contrainte ; donc le diagramme $\sigma = f(\varepsilon)$, en supposant les points d'ancrage fixes, peut se représenter schématiquement par :



GRANATO et LUCKE [57] ont calculé la perte d'énergie en faisant les hypothèses suivantes :

- longueur des dislocations constante
- impuretés réparties au hasard le long de la ligne de dislocation

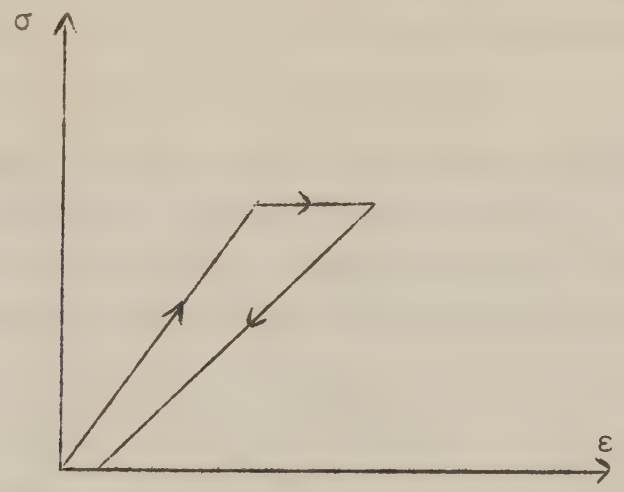
Leur calcul aboutit à une expression de la forme :

$$Q^{-1} = \frac{C_1}{\varepsilon} \exp(-\frac{C_2}{\varepsilon})$$

L'introduction d'impuretés diminue le frottement interne : à amplitude constante Q^{-1} décroît exponentiellement lorsque la concentration augmente, donc la constante C_2 est proportionnelle à la concentration d'impuretés. Valable seulement à 0°K, ce modèle a,cependant, été vérifié jusqu'à des températures assez élevées.

PEGUIN [58] a montré que la courbe $Q^{-1} = f(\varepsilon)$ doit passer par un maximum qui n'est apparent qu'en l'absence de déformation plastique dans la zone de déformation étudiée.

Le désancrage tel que nous l'avons présenté est un phénomène réversible. Mais, si au lieu des points d'ancrage sur la ligne de dislocation, nous introduisons la notion d'atmosphère de défauts autour de la dislocation, la position initiale et la position finale ne seront pas identiques. Nous pouvons alors parler d'hystérésis mécanique ; la relation σ-ε peut être représentée par :



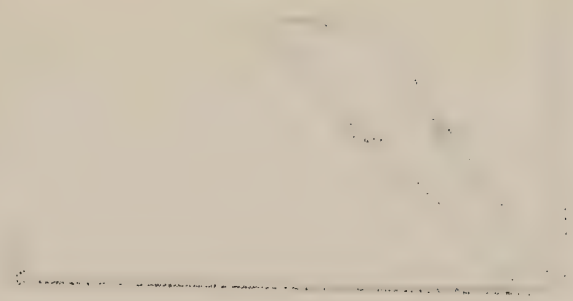
2.3.3. Autres types de frottement interne

Un autre type de frottement interne apparait lorsque un phénomène de résonance se produit dans le solide qui est alors considéré comme un milieu visqueux. La résonance des dislocations en est un exemple.

Les transformations internes (mise en ordre, changement de phase) donnent aussi naissance à du frottement interne.

2.4. Effet ZENER

Dans les solutions solides de substitution binaires (A, B) apparait une relaxation mise en évidence, pour la première fois, par C. ZENER [59] dans le laiton α. Ce phénomène est relié à une mise en ordre à courte distance induite par la contrainte.



Cette mise en ordre, impliquant des changements de position des atomes, n'est possible que par la migration des lacunes.

Sous l'action d'une contrainte alternative de pulsation ω, il apparait un pic de frottement interne associé à un effet de module. Deux théories sont proposées pour rendre compte du phénomène.

2.4.1. Théorie des paires

ZENER [60] introduit la notion de paire d'atomes dissous ; une paire d'atomes en substitution en position de premier voisin, crée une déformation anisotrope, sa réorientation peut donc donner du frottement interne.

Sous l'action de la contrainte appliquée les paires tendront à s'orienter suivant des directions voisines de celle de la contrainte ou de sa perpendiculaire. Si N est la concentration d'atomes dissous, l'intensité de relaxation peut s'écrire:

$$\Delta_M = C \frac{\beta^2 V_m M_I}{RT} N^2$$

où V_m est le volume molaire, C une constante géométrique reliée à la direction de la contrainte, β un paramètre lié à la déformation du réseau.

On peut prendre β proportionnel à la différence des rayons atomiques du solvant, A, et du soluté, B, [61] ou, plus précisément, à l'écart à la loi de Vegard [62]:

$$2d_{AB} - (d_{AA} + d_{BB})$$

d_{XY} est la distance entre l'atome X et l'atome Y.

La réorientation d'une paire ne demandant qu'un saut atomique ou deux, le temps de relaxation, qui définit la position du pic ($\omega\tau_R = 1$), sera de la forme :

$$\tau_R = \frac{1}{b} \frac{a^2}{D} \qquad \text{(cf. § 2.4.3)}$$

La variation de Δ_M en fonction du carré de la concentration a été vérifiée dans différents alliages. Cependant, la théorie est critiquée car, à forte concentration, elle dissymétrise les constituants ; elle suppose aussi que le nombre de paires est constant, or, à basse concentration, l'application de la contrainte peut en dissocier certaines ; de plus, elle ignore les interactions atomiques qui peuvent créer un ordre à courte distance.

2.4.2. Théorie du changement d'ordre à courte distance

Selon LE CLAIRE et LOMER [61], il vaut mieux parler de changement de l'ordre à courte distance sous l'action de la contrainte.

Pour une solution solide l'énergie de mélange W s'exprime par :

$$W = W_{AA} + W_{BB} - 2W_{AB}$$

Si la solution est idéale W = 0, sinon il y a ordre à courte distance caractérisé par un paramètre α. En tenant compte uniquement des premiers voisins l'intensité de relaxation est :

$$\Delta_M = \frac{2N_A N_B (N_A+\alpha N_B)(N_B+\alpha N_A)}{M_R\, V_m\, kT} \cdot \frac{1-\alpha}{1+\alpha} \cdot \left(\frac{dW}{dr}\right)^2 \cdot \sum_{j=1}^{z/2} \left(\frac{dr^j}{d\varepsilon}\right)^2$$

où z est le nombre de coordination (= 12 pour les c.f.c), r^j la distance entre l'atome central et le $j^{ème}$ premier voisin, N_A et N_B les concentrations atomiques.

Cette théorie qui accorde un rôle symétrique aux deux constituants ne prévoit pas, cependant, le sens de l'anisotropie. Le temps de relaxation a la même forme que dans la théorie des paires.

WELCH et LE CLAIRE [63] introduisent l'interaction des seconds voisins et les paramètres d'ordre jusqu'aux huitièmes voisins. Leurs résultats sont en bon accord avec les expériences faites sur l'alliage Ag-Zn dans la phase α.

2.4.3. Temps de relaxation

Nous avons vu que le temps de relaxation permet de déterminer la position du pic. Il est donc intéressant de pouvoir le calculer ; la théorie des paires en facilite l'obtention.

Considérons un réseau de structure cubique à faces centrées ; un des atomes dissous est en O (fig. 2). Par rapport à la direction [111] deux types de paires sont possibles, si on soumet le cristal à une contrainte ayant cette direction, les paires p sont favorisées et leur nombre va varier avec le temps. Si on suppose une loi exponentielle le temps de relaxation est donné par :

$$\tau_R = \frac{N_P - N_{p_\infty}}{\frac{dN_p}{dt}}$$

N_p est le nombre de paires de type p. On montre [63] que :

$$\tau_R = \frac{11}{8}\,\tau$$

où τ est le temps de séjour moyen d'un atome dans un site donné. Dans le cas d'un c.f.c

$$\tau = \frac{a^2}{12\,D}$$

avec, D, le coefficient de diffusion du soluté et, a, le paramètre cristallin.

Soit :

$$\tau_R = \frac{11}{96}\,\frac{a^2}{D}$$

qui est de la forme attendue.

D'où le coefficient b pour une contrainte [111].

$$b_{[111]} = \frac{96}{11}$$

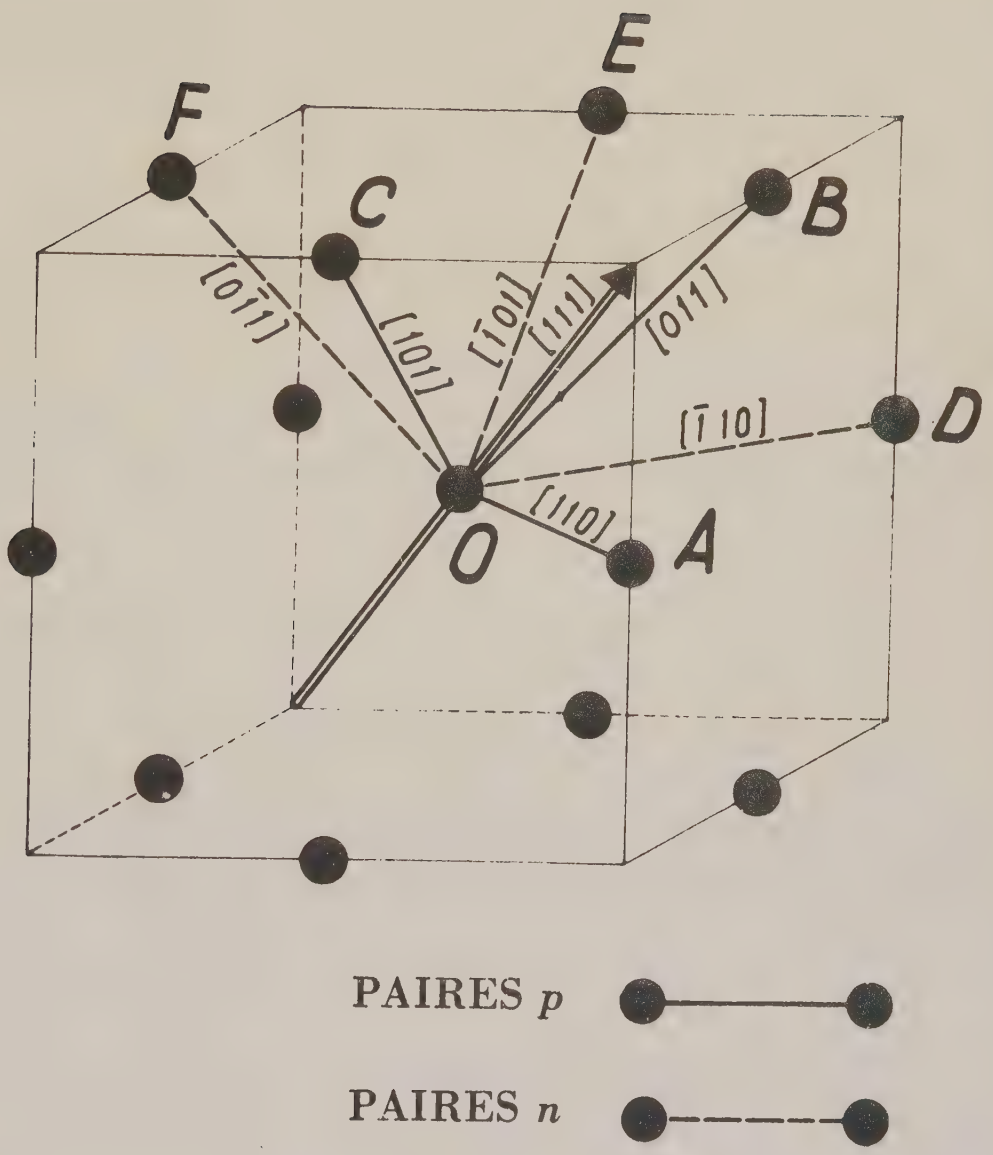


Fig. 2-2 - Types de paires (réf.64)

Dans le cas d'une contrainte [100] ou [101] ce coefficient devient :

$$b_{[100]} = b_{[101]} = \frac{144}{11}$$

NOWICK [65] admet qu'il faut prendre un temps de relaxation pondéré.

$$\tau_R = \frac{1}{b} \frac{a^2}{2} \left[\frac{1}{N_A D_A^*} + \frac{1}{N_B D_B^*} \right]$$

D_A^* et D_B^* sont les coefficients d'autodiffusion.

Nous avons appliqué ces résultats à un alliage Argon-20% Krypton, nous connaissons les coefficients de diffusion des constituants [66, 67, 68]. Pour un échantillon polycristallin nous prenons :

$$b = 10$$

ce qui pour une expérience à 1 Hz donne :

$$T_{ZENER} \sim 68°K$$

Ce calcul approximatif permet de prévoir la position du pic de Zener, si il existe, dans l'alliage Argon-20% Krypton.

DEUXIEME PARTIE

CHAPITRE III

MESURES DE FROTTEMENT INTERNE

Nous avons vu (§ 2.2) que le frottement interne peut être mesuré :

- en décroissance libre, on mesure δ
- en oscillation entretenue, on mesure $\Delta W'$

Nous avons utilisé ces deux méthodes : la première avec un pendule de torsion 1 Hz, la seconde avec un pendule de torsion 50 Hz.

3.1. Pendule de torsion 1 Hz

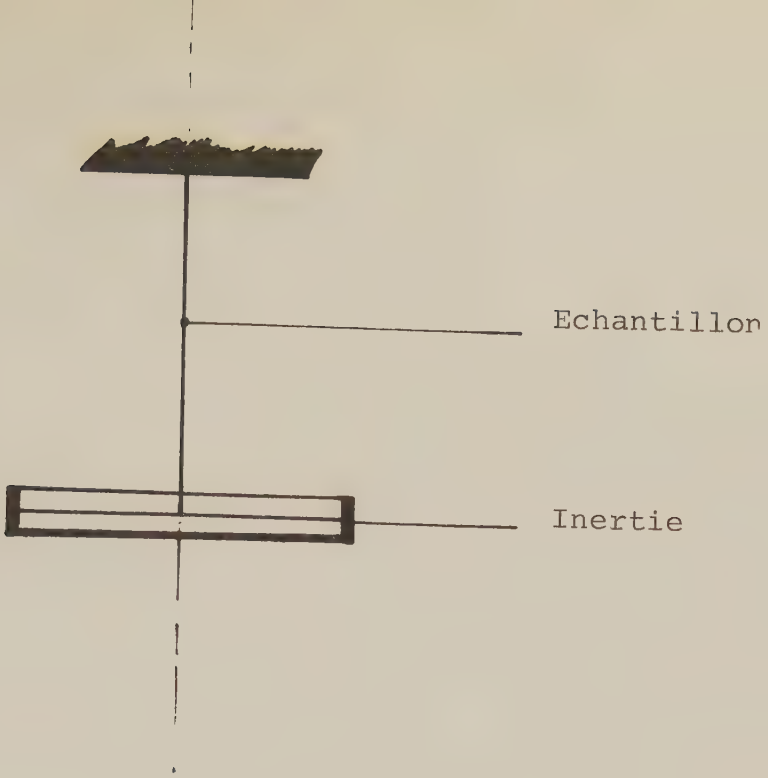
Ce pendule, déjà utilisé dans notre laboratoire [69], utilise une détection optique et un relancement électromagnétique. Nous avons dû le modifier pour l'adapter à nos échantillons.

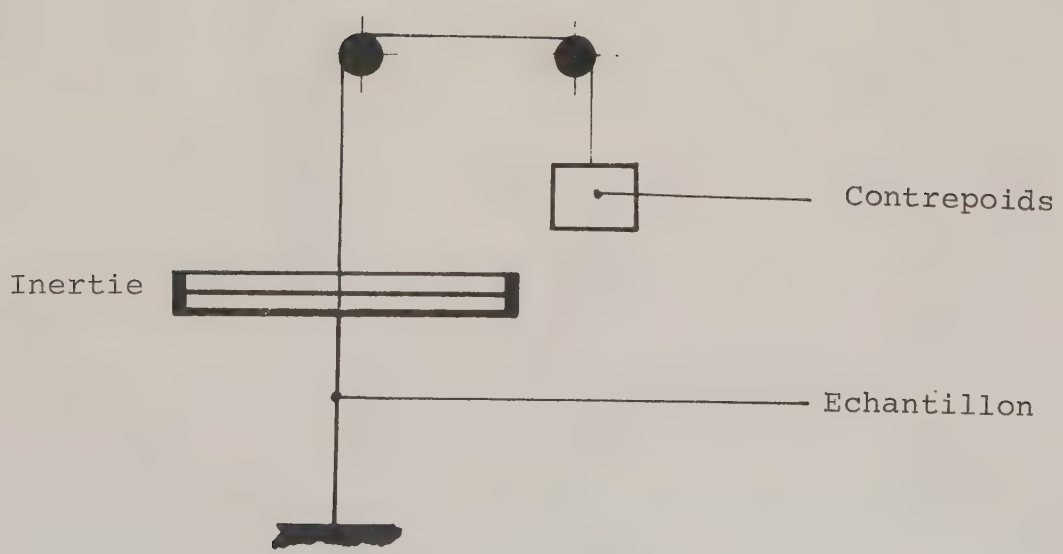
Nous lui avons couplé un système automatique de mesure [70] permettant le traitement des données par ordinateur.

3.1.1. Description du pendule

Nous utilisons un pendule de type inversé (fig. 1) de préférence à un pendule direct qui soumet l'échantillon à de trop fortes tensions. Une vue d'ensemble est donnée figure 2.

Le système de contrepoids que nous avons adopté (fig.3) permet un équilibrage précis, quelles que soient les variations imposées à la masse d'inertie. De plus, il supprime le frottement parasite créé par les mouvements du fil de suspension dans les gorges des poulies [69].





Pendule inversé

Fig. 3-1

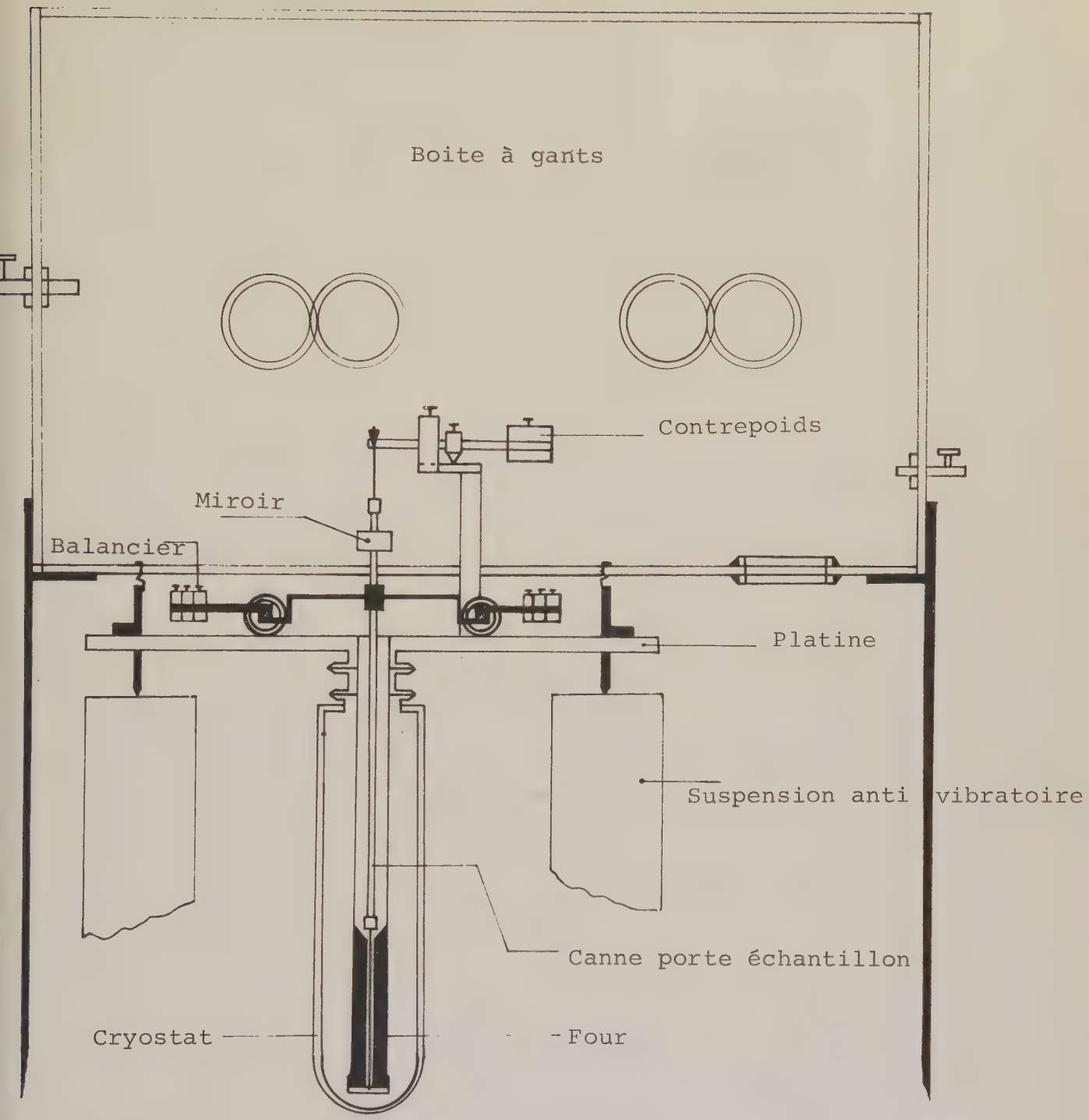


Fig. 3-2 - Vue d'ensemble du pendule

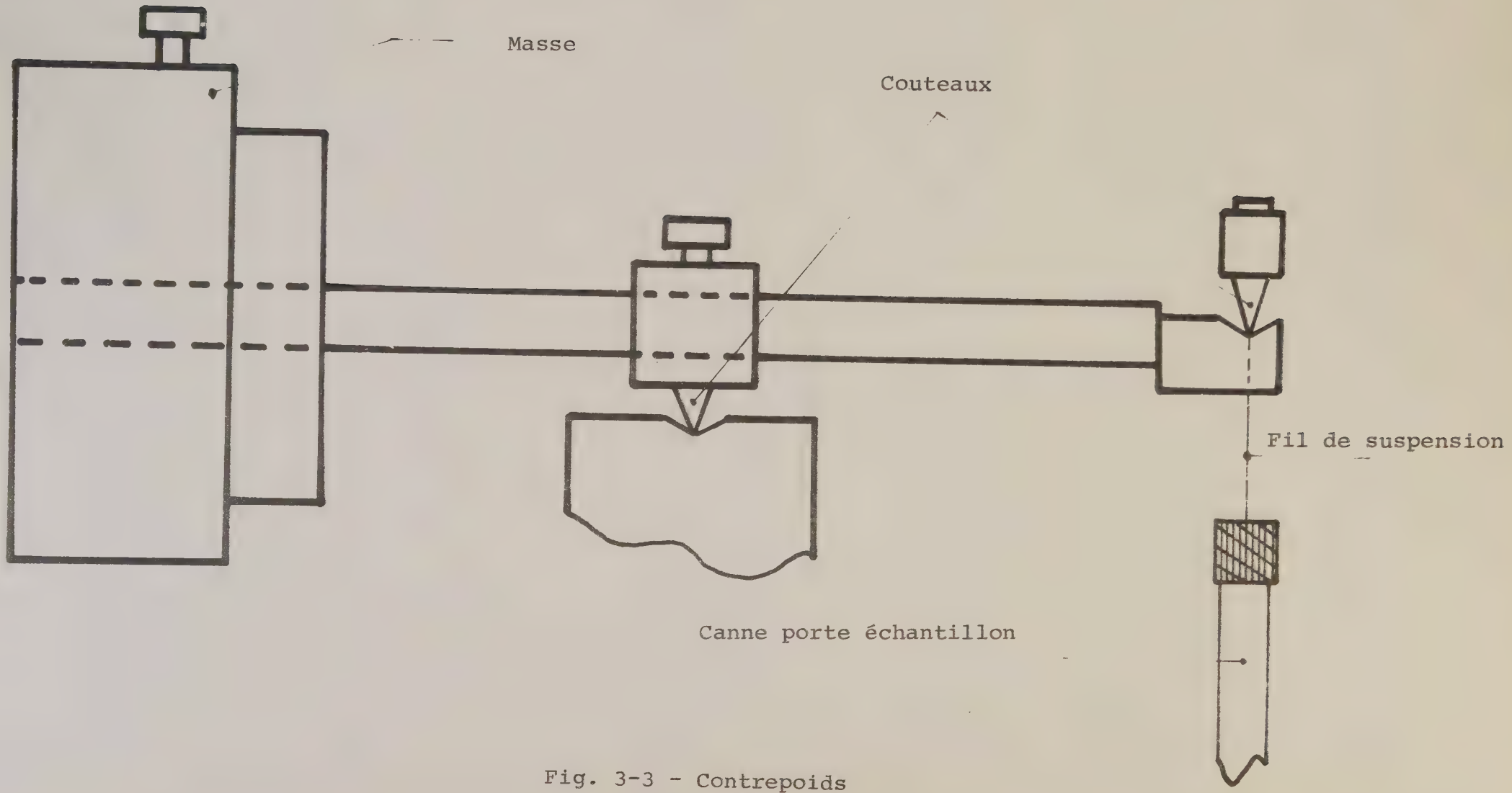


Fig. 3-3 - Contrepoids

Etant donné la variété de nos échantillons, nous avons mis au point une masse d'inertie variable (fig. 4) de façon à obtenir des fréquences d'oscillations compatibles avec nos instruments de mesure.

La fixation de l'échantillon en bas du four est assurée par une pince de type critérium (fig. 5) mise au point par J. HILLAIRET [71]. Cette pince, dont le serrage est assuré par une pression d'hélium (6 à 8 kg/cm^2), facilite les montages à basse température et évite toute torsion de l'échantillon.

Deux miroirs, l'un est solidaire de la canne porte échantillon et l'autre fixe, nous permettent, par des réflexions multiples, d'augmenter considérablement le bras optique (fig. 6). Le faisceau sortant est capté par la cellule d'un suiveur de spot (SEFRAM).

3.1.2. Système automatique de mesure

Un convertisseur tension-fréquence transforme en impulsions le signal délivré par la dynamo tachymétrique du suiveur de spot. Le nombre d'impulsions pendant une période est proportionnel à l'aire de la courbe, donc à l'amplitude maximum d'oscillation. D'ou le frottement interne.

$$Q^{-1} = \frac{1}{m\pi} \ln \frac{N_n}{N_{n+m}}$$

avec N_m le nombre d'impulsions délivrées pendant la $n^{ième}$ oscillation et N_{n+m} celui pendant la $n+m^{ième}$.

Le système mis au point par G. MARTIN [70] utilise cette possibilité. Un compteur d'impulsions est relié au convertisseur par l'intermédiaire d'une porte électronique qui permet le comptage toutes les m oscillations. L'ensemble est complété par un chronomètre qui mesure la période et un millivoltmètre qui mesure la f.e.m. du thermocouple. Toutes ces valeurs sont reproduites sous forme de tableau par une imprimante couplée à une perforatrice. Le schéma d'ensemble est donné figure 7.

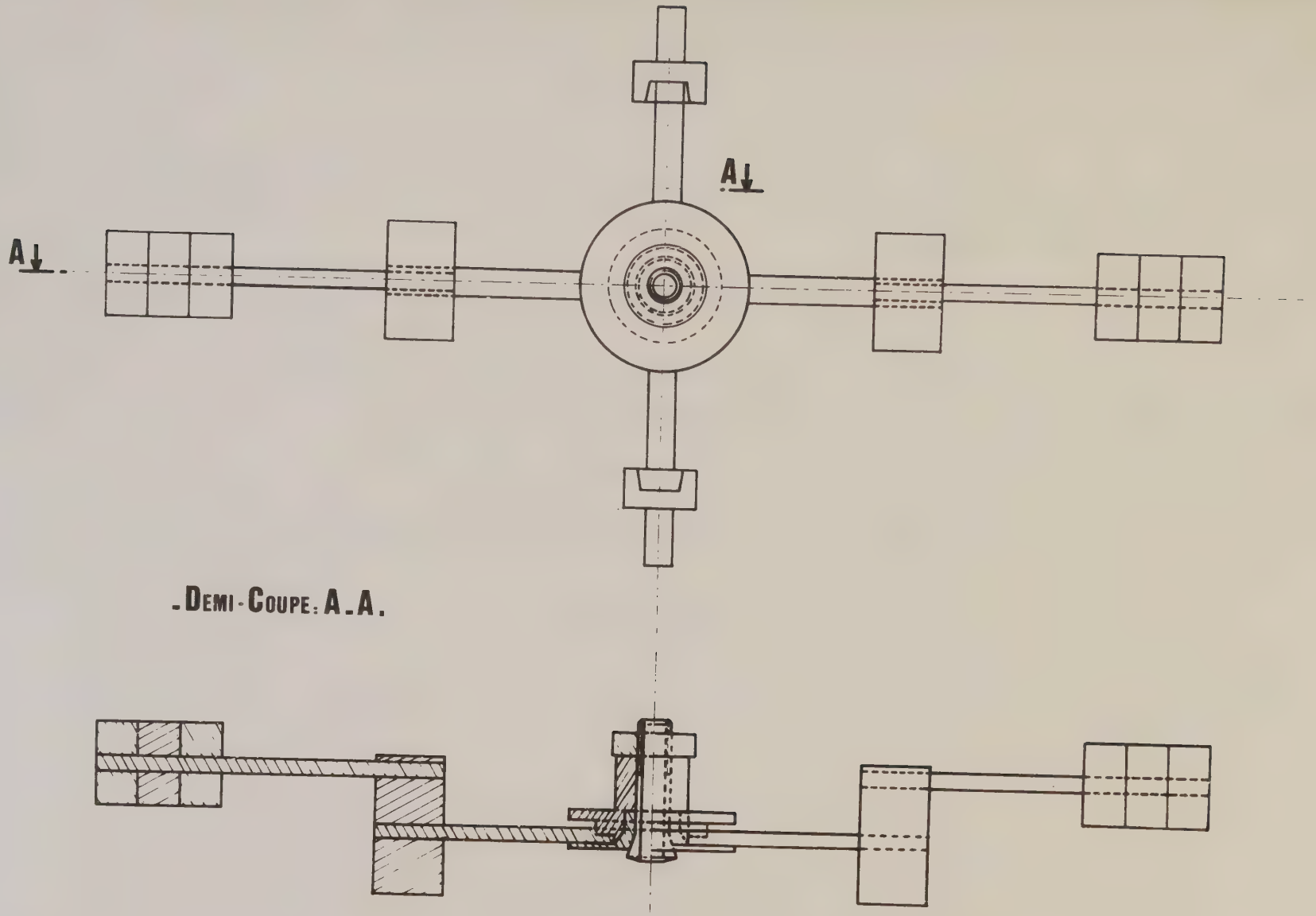


Fig. 3-4 - Masse d'inertie variable

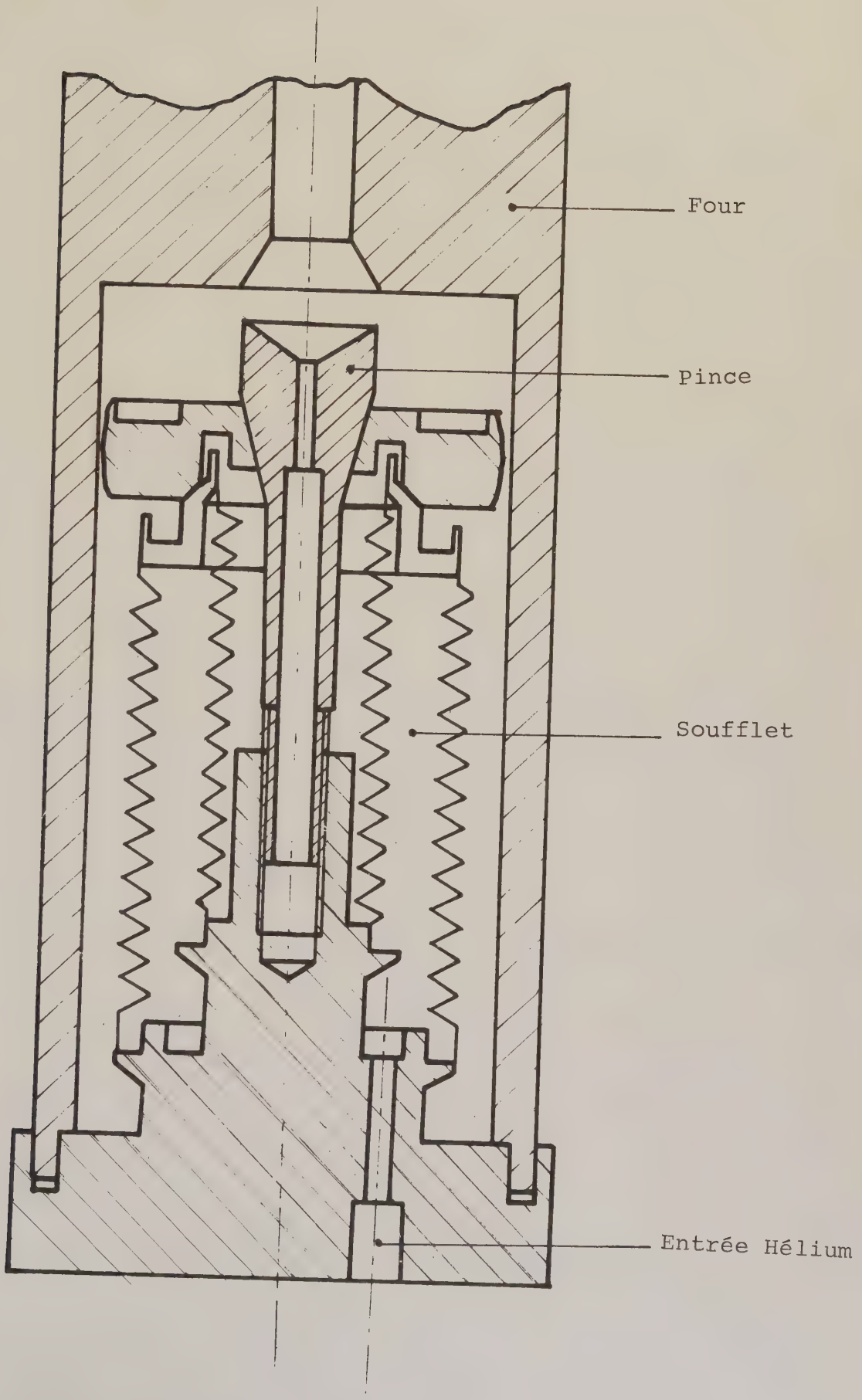


Fig. 3-5 Pince pneumatique (réf.71)

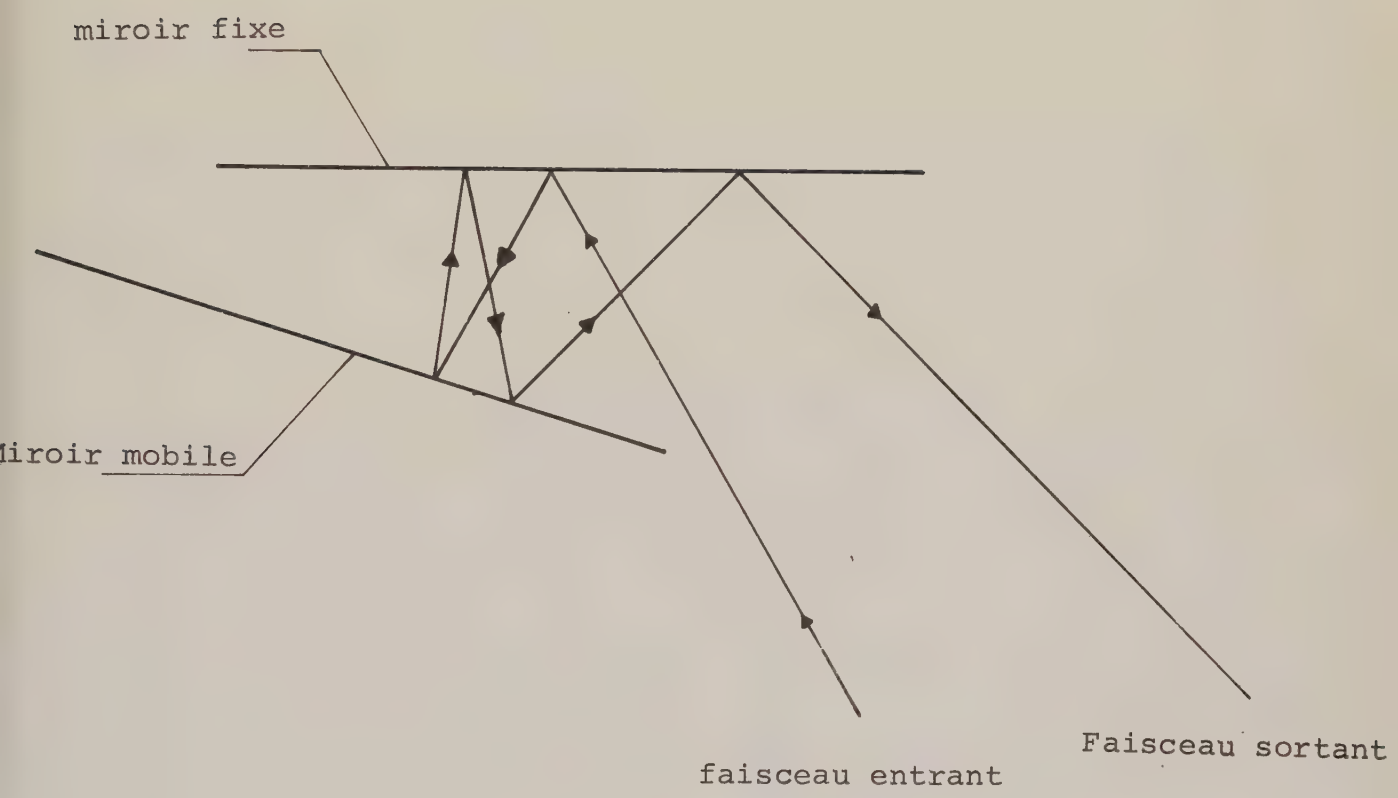


Fig. 3-6 Amplification optique

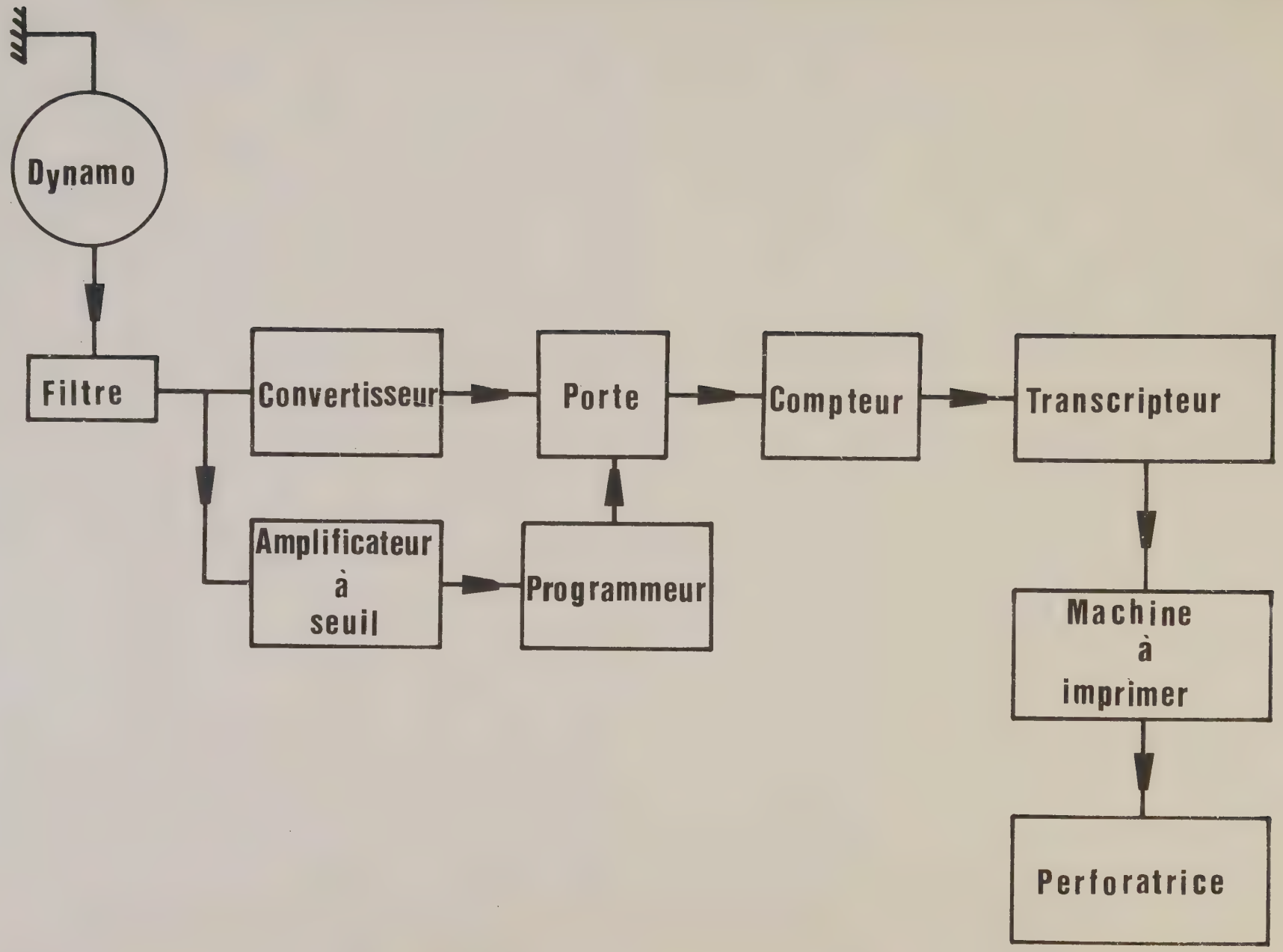


Fig. 3-7 - Système automatique de mesure (réf.70)

Nous avons mis au point un programme qui permet de traiter ces données par ordinateur. Nous traçons directement les courbes de frottement et de module en fonction de la température.

3.2. Pendule de torsion 50 Hz

Ce pendule a été mis au point dans le laboratoire de Physique du Solide par D. LEMERCIER [72]. Pouvant être utilisé dans une grande gamme de fréquence, il présente l'avantage de travailler à amplitude constante et permet l'enregistrement continu du frottement interne.

Détection et excitation sont couplées à une boucle électronique à gain variable qui fournit l'énergie nécessaire à l'entretien. On montre que la mesure du gain, A, est une mesure du frottement interne.

$$A = Q^{-1} \omega \frac{I}{k_c^2}$$

où I est l'inertie du pendule, ω la pulsation et $k_c = N \phi_o L$ la constante des bobines.

La courbe $Q^{-1}\omega = f(T)$ est tracée directement sur une table X-Y. Un étalonnage de Q^{-1} par une autre méthode est nécessaire ; ω est mesurée par un fréquencemètre.

Nous avons adapté la partie supérieure de ce pendule sur la platine 1 Hz. La canne porte échantillon se fixe par serrage sur le support des aimants.

3.3. Régulation de température

Pour décrire le spectre de frottement interne nous faisons varier la température de l'échantillon placé dans un four (fig. 2).

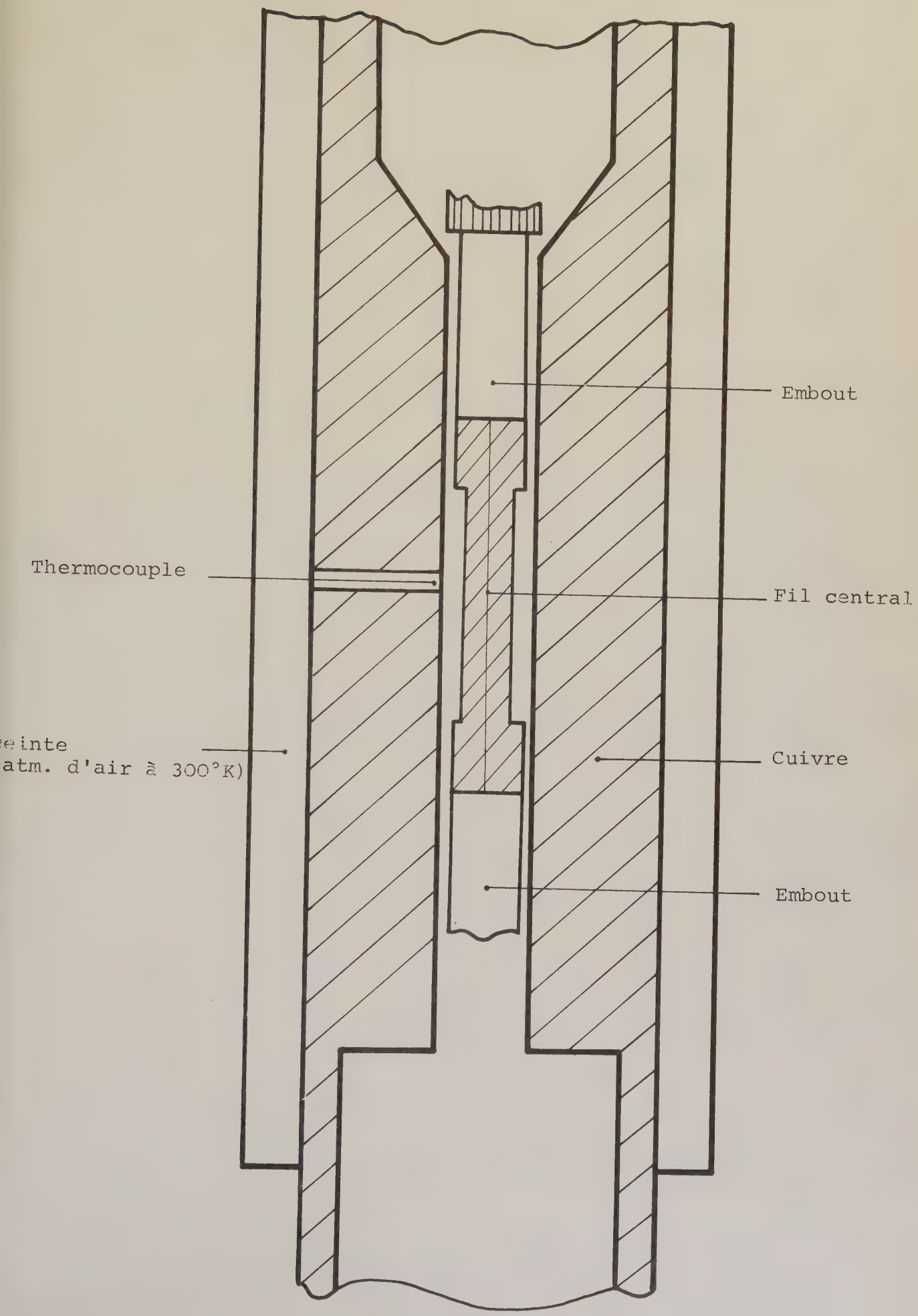
La géométrie du four est choisie en fonction de l'échantillon.

Diamètre échantillon (mm)	Diamètre four (mm)
3	5
7	10

La position des échantillons avec embouts (fig. 8) a été déterminée de façon à éliminer le gradient longitudinal [69].

La température est mesurée par un thermocouple chromel-constantan. Nous avons utilisé une régulation de température mise au point par G. de KEATING HART [69]. Nous avons dû la modifier pour obtenir des vitesses de montée comprises entre 10 et 30° K/h.

Fig. 3-8 - Position de l'échantillon dans le four



CHAPITRE IV

FABRICATION DES ECHANTILLONS

La préparation d'échantillons convenables a été le problème primordial de notre étude.

Dans ce chapitre, nous décrivons les différents essais qui nous ont amenés à définir deux types d'échantillons :

1) cristal dans un tube mince : cette solution peut permettre une étude qualitative
2) cristal entre deux embouts reliés par un fil central

4.1. Formation du cristal

4.4.1. Argon pur

Nous utilisons de l'Argon spectroscopiquement pur.

Des essais effectués dans des tubes transparents nous ont permis de définir une méthode de formation avec laquelle nous obtenons des échantillons massifs sans défaut apparent.

Le tube, contenant une légère surpression d'argon (de l'ordre de 200 à 400 gr/cm^2) est refroidi lentement par descente dans un bain d'azote liquide. Le gaz se condense d'abord dans la phase liquide puis se solidifie.

La surpression est maintenue pendant toute la formation de façon à toujours avoir les trois phases dans le tube. Un refroidissement trop rapide ou une dépression entraîne l'apparition de défauts.

4.1.2. Alliages

Les alliages sont obtenus à partir d'un mélange gazeux à la concentration désirée. Nous utilisons le même procédé de fabrication seule la température de solidification change. Elle est déterminée à partir des diagrammes de phases de la figure 1.

Pour l'Argon-azote cependant le refroidissement est obtenu en plaçant le tube dans le four de mesure maintenu à la température désirée.

4.2. Essais préliminaires

Un échantillon, pour pouvoir être utilisé en frottement interne, doit présenter certaines caractéristiques :

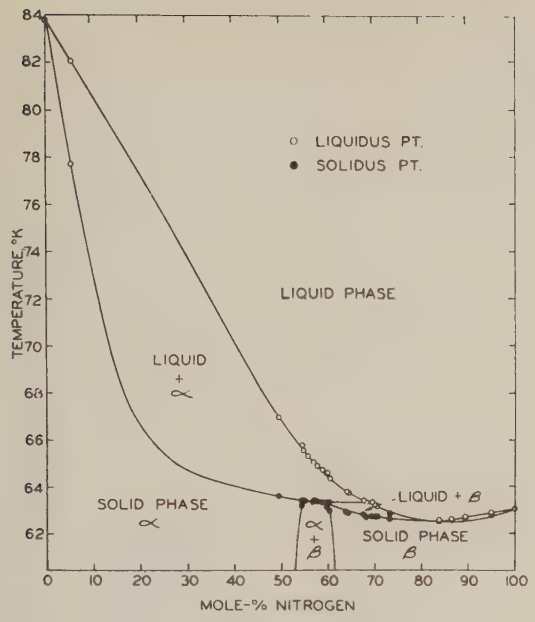
- des dimensions compatibles avec les fréquences d'étude
- les diamètres des extrémités suffisamment bien définis pour pouvoir être fixé dans les pinces

Pour que ces caractéristiques soient satisfaites nous voulions former l'échantillon dans un moule aux dimensions voulues et ensuite l'extraire.

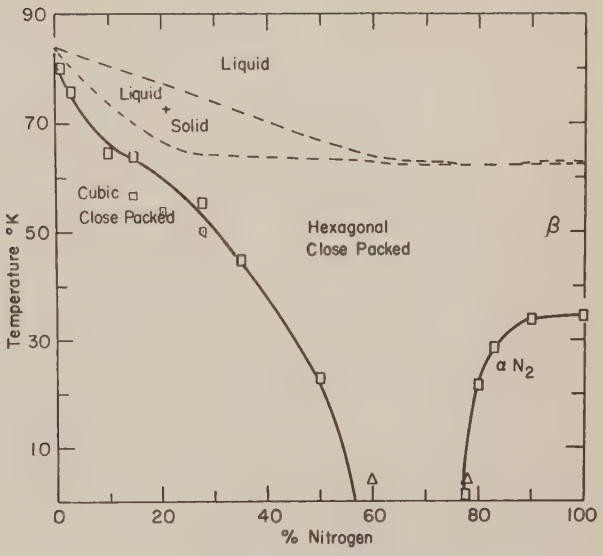
4.2.1. Démoulage par fusion en surface

Une fois le cristal formé, nous avons essayé de le sortir du moule en maintenant l'ensemble dans le bain d'azote liquide. Le cristal adhère sur les parois et nous ne pouvons le détacher qu'en le cassant.

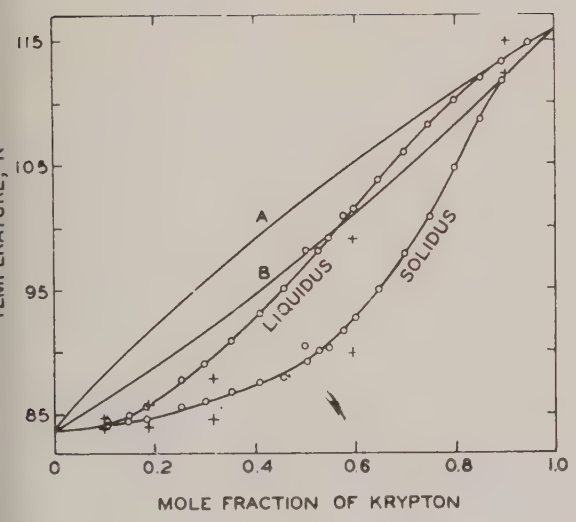
Si nous sortons l'ensemble moule + cristal du bain réfrigérant, le réchauffement entraîne une fusion en surface du cristal ; une pression permet de le séparer du moule. Le cristal démoulé, nous arrêtons la fusion en le plongeant dans un milieu plus froid.



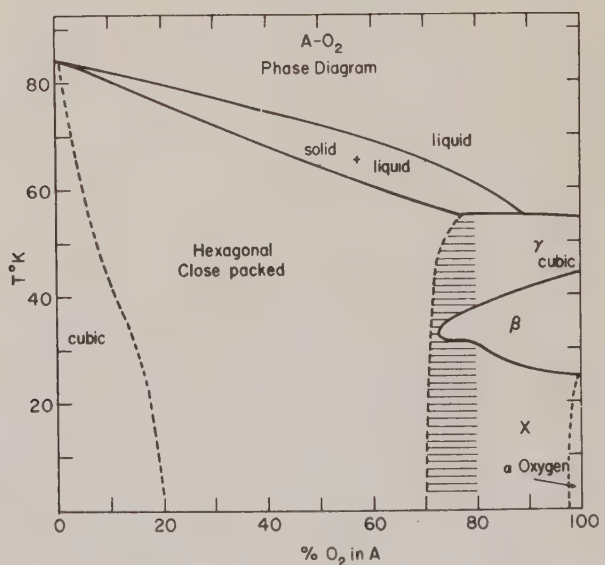
Argon Azote (Réf.52)



Argon Azote (Réf. 51)



Argon Krypton (Réf.52)



Argon Oxygène (Réf.51)

Fig.4-1 - Diagrammes de phases

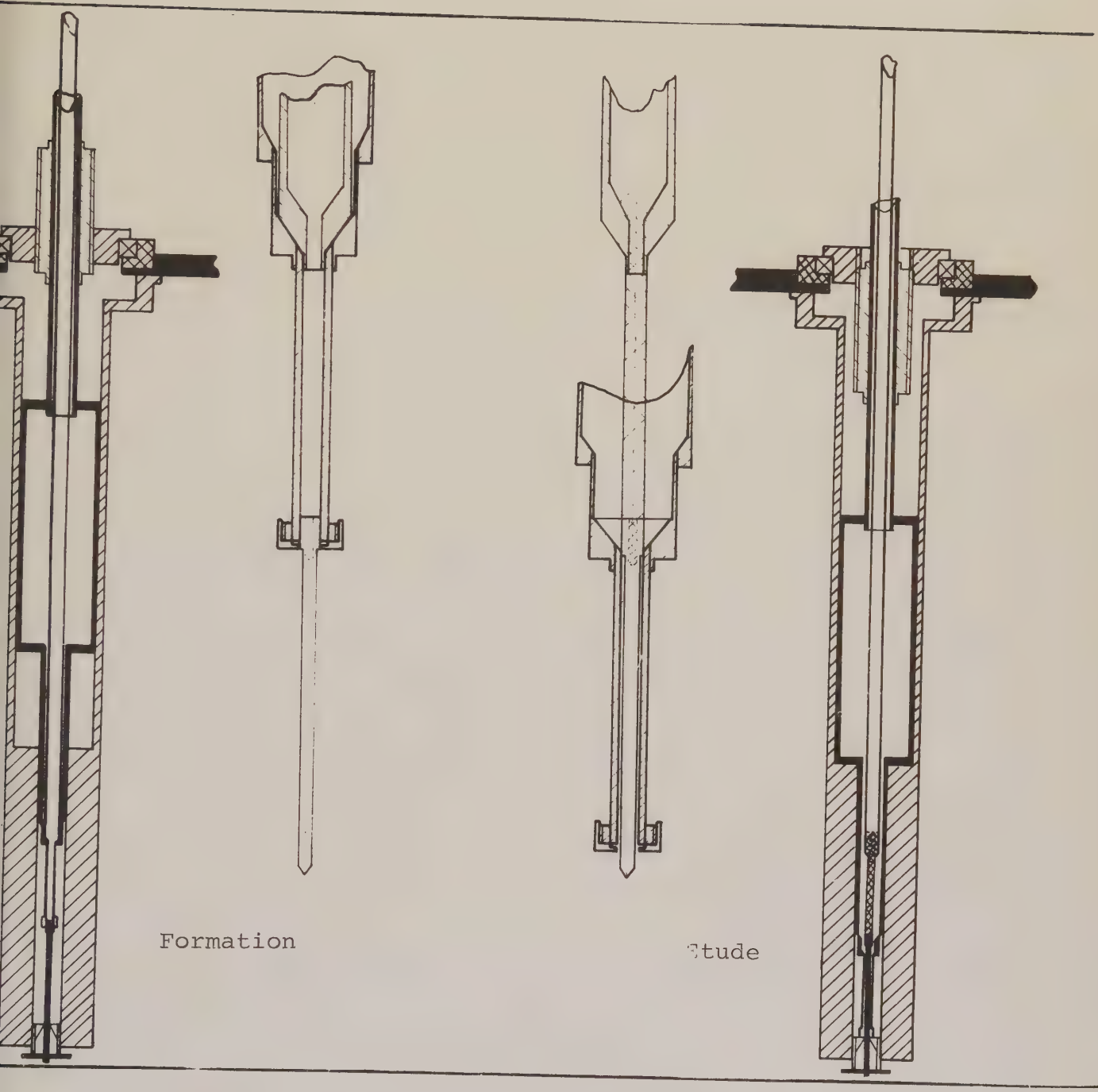


Fig.4-2 - Démoulage en place sur le pendule

4.2.3. Démoulage à basse température

Nous avons voulu utiliser la différence de coefficient de dilatation entre l'Argon et les matériaux usuels pour obtenir nos échantillons.

L'échantillon est formé dans un moule comme précédemment puis l'ensemble est refroidi à la température de l'hydrogène liquide. Des essais effectués avec des tubes de différents diamètres et matériaux ainsi qu'avec des moules démontables (fig. 3) ne nous ont pas permis d'obtenir les échantillons.

Le cristal adhère très fortement aux parois du moule.

4.3. Cristal dans un tube

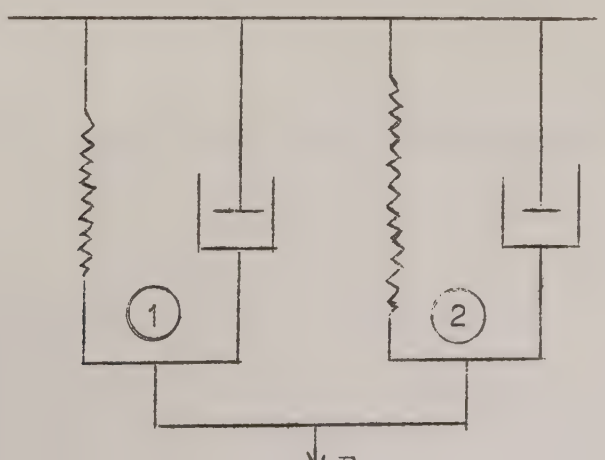
Nous avons vu, au cours des essais précédents, que le cristal adhère aux parois du moule quelle que soit la température. Donc si nous soumettons le moule à une contrainte le cristal subira aussi une contrainte.

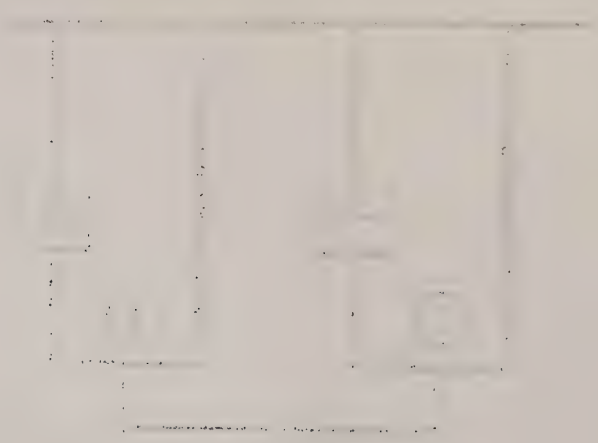
Ainsi nous avons envisagé d'étudier le frottement de l'ensemble moule + cristal.

4.3.1. Principe

Considérons le cas idéal où le cristal adhère parfaitement au moule ; si le moule est infiniment mince, la déformation du moule et celle de la surface du cristal sont identiques.

Dans le modèle de Voigt l'équivalent mécanique de l'ensemble moule + cristal est :





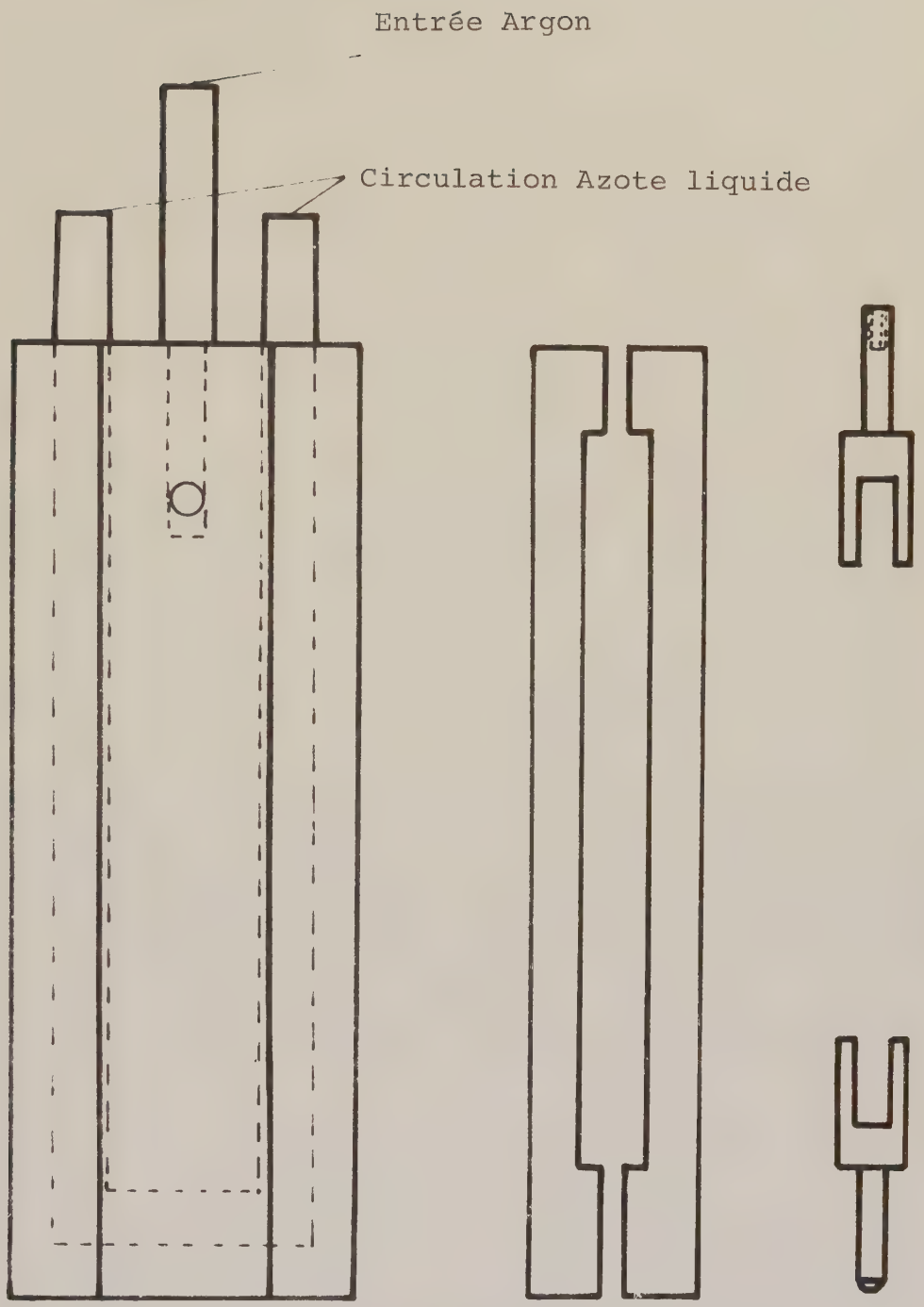


Fig.4-3 - Moule démontable

- l'indice 1 correspond au moule avec k_1 et f_1
- l'indice 2 au cristal avec k_2 et f_2

L'équation du mouvement va s'écrire :

$$I \frac{d^2\theta}{dt^2} + (f_1+f_2) \frac{d\theta}{dt} + (k_1+k_2)\,\theta = 0$$

donc :

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{f_1+f_2}{\sqrt{I(k_1+k_2)}}$$

En choisissant le moule de façon à ce que son frottement interne soit petit et indépendant de la température dans la zone d'étude nous allons mesurer :

$$Q^{-1}_{\text{apparent}} \simeq \frac{f_2}{\sqrt{I(k_1+k_2)}}$$

Dans le cas d'une torsion, k est proportionnel au module de cisaillement G du matériau. Pour les gaz rares G est de l'ordre de 10^{10} dynes/cm^2 alors que dans les métaux il est de 10^{11}-10^{12} dynes/cm^2. Donc avec une approximation supplémentaire.

$$Q^{-1}_{\text{apparent}} \simeq \frac{f_2}{\sqrt{k_1 I}} = \frac{f_2}{\sqrt{k_2 I}} \left(\frac{k_2}{k_1}\right)^{1/2}$$

Soit :

$$Q^{-1}_{\text{apparent}} = Q^{-1}_{\text{vrai}} \left(\frac{k_2}{k_1}\right)^{1/2}$$

Dans le cas réel le coefficient d'amortissement sera différent mais cette méthode doit tout de même nous permettre une étude qualitative.

4.3.2. Réalisation

Pour nous approcher du cas idéal nous avons utilisé des tubes de faible épaisseur ; leurs caractéristiques sont indiquées dans le tableau 1.

TABLEAU 4-1.

	Ø extérieur mm	Ø intérieur mm	Longueur mm	G dynes/ cm^2	Q^{-1} Tube vide	
					20°K	80°K
Acier inoxydable	3	2,8	170	$8,6.10^{11}$	2.10^{-4}	$2,5.10^{-4}$
Nickel	2,85	2,72	170	$7,7.10^{11}$	5.10^{-4}	7.10^{-4}
Or	3	2,8	80	$2,1.10^{11}$	1.10^{-3}	$1,3.10^{-4}$

Le tube est brasé sur un embout qui permet le serrage par la pince du four, et sur la canne porte échantillon qui comporte un réservoir (fig. 4). Dans un premier temps nous formons un cristal dans le tube par refroidissement lent, la canne étant connectée à un réservoir de gaz ; une fois le cristal formé nous obturons la canne. L'ensemble peut alors être réchauffé sans perte de gaz, le réservoir de la canne évite l'éclatement du tube.

Ce système permet le montage à l'ambiante sur le pendule. Le cristal est reformé pour faire l'expérience.

4.4. Cristal avec embouts

Dans cette solution l'échantillon est nu ; deux embouts sont noyés dans les extrémités afin de permettre le montage. Ces deux embouts sont reliés par un fil mince d'acier inoxydable indispensable pour le démoulage. Nous montrerons que les embouts et le fil n'ont peu ou pas d'influence sur le frottement interne.

4.4.1. Echantillon

Les embouts ont déjà été utilisés pour des expériences de frottement interne sur la glace par SCHILLER [73]. A condition que le collage soit bon, les résultats ne sont pas affectés par la présence d'embouts, il y a seulement incertitude sur la longueur efficace de l'échantillon.

Nous avons choisi l'acier inoxydable car sa conductivité thermique est proche de celle de l'argon. Cela nous permet d'éviter une fusion trop rapide au niveau des embouts pendant le démoulage.

Le cristal est formé entre les deux embouts dont l'un est déjà fixé sur la canne porte échantillon (fig. 5). La forme du moule est déterminée par les conditions expérimentales. Pour faciliter le démoulage nous avons dû relier les deux embouts par un fil central soudé, il évite de faire subir une traction au cristal. Nous utilisons un fil d'acier inoxydable de $\frac{3}{10}$ mm de diamètre.

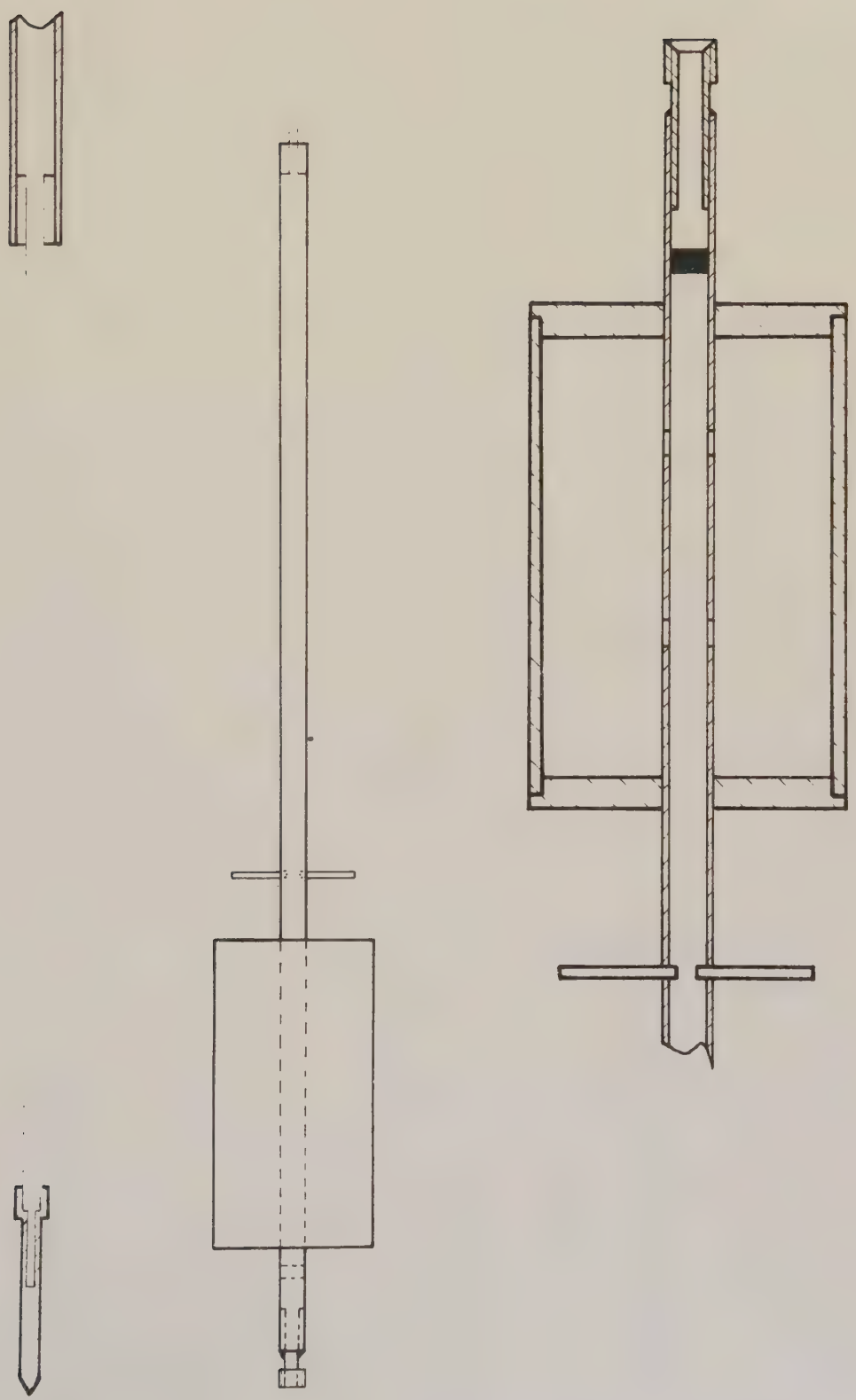


Fig.4-4 - Echantillon tube+cristal

Formation

Demoulage

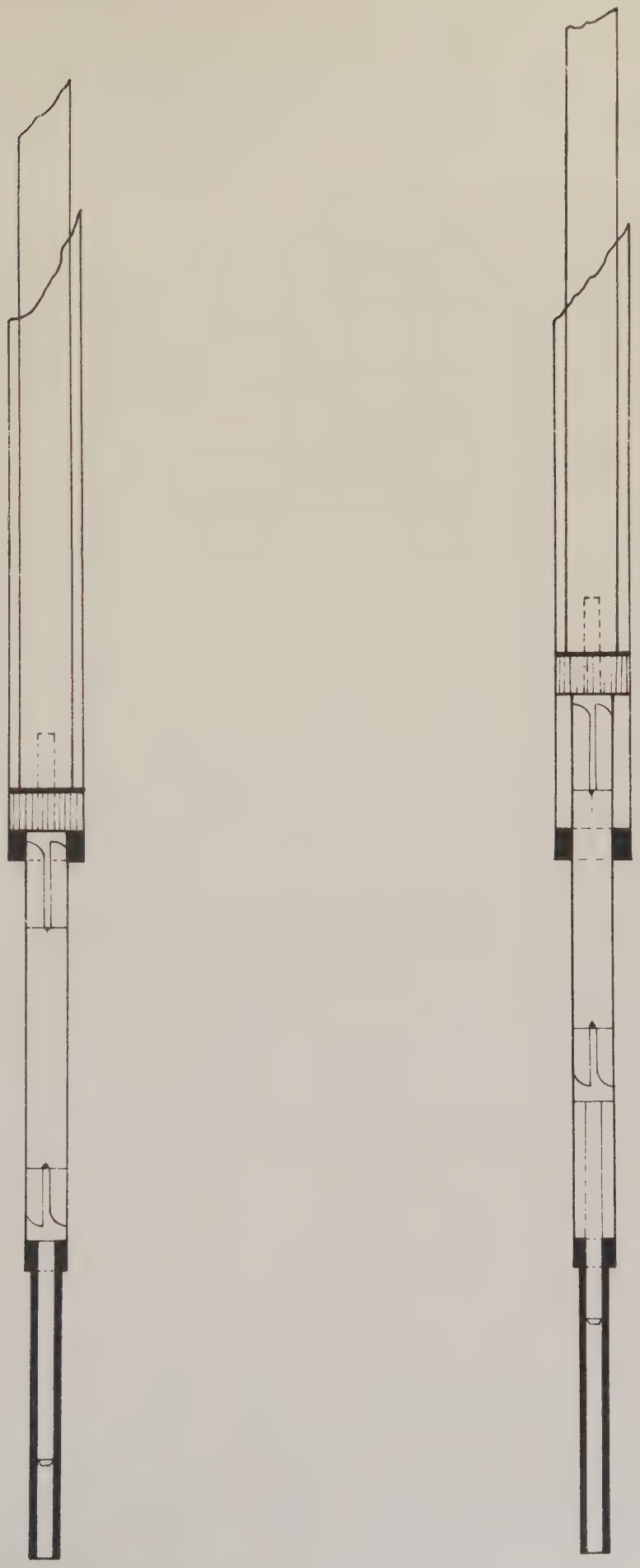


Fig.4-5 - Formation et démoulage d'un échantillon avec embouts

Nous avons essayé différents modèles d'embouts. Le modèle c, figure 6, présente les meilleures caractéristiques.

4.4.2. Etude des embouts

Avant d'utiliser l'échantillon avec embouts nous devions nous assurer qu'ils avaient peu d'influence sur les résultats. Une vérification expérimentale est possible. En effet, la fréquence d'oscillation du pendule est donnée par :

$$\nu = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{k}{I}}$$

pour un échantillon cylindrique

$$k = \frac{\pi}{2} G \frac{R^4}{L}$$

où R est le rayon et L la longueur de l'échantillon

Donc une diminution du rayon sur une partie de l'échantillon va entraîner une variation de fréquence et réduire l'influence des embouts.

Pour réaliser cette étude nous préparons un échantillon avec le diamètre maximum ; démoulé puis refroidi le diamètre est ensuite amené par fusion à une dimension plus petite. Nous avons mis au point une pince qui permet cette opération (fig. 7).

Les résultats sont reportés figure 8. La courbe théorique est obtenue à partir de l'échantillon de diamètre maximum en portant

$$\nu = \nu_A \frac{\sqrt{L_A}}{R_A^2} \times \frac{R^2}{\sqrt{L}}$$

La mesure est effectuée à 21°K.

Nous voyons que la loi de variation de la fréquence est assez bien vérifiée. Comme en plus nous trouvons le même frottement interne pour les trois échantillons, nous pouvons admettre que les résultats que nous obtiendrons avec ce type d'échantillon seront valables.

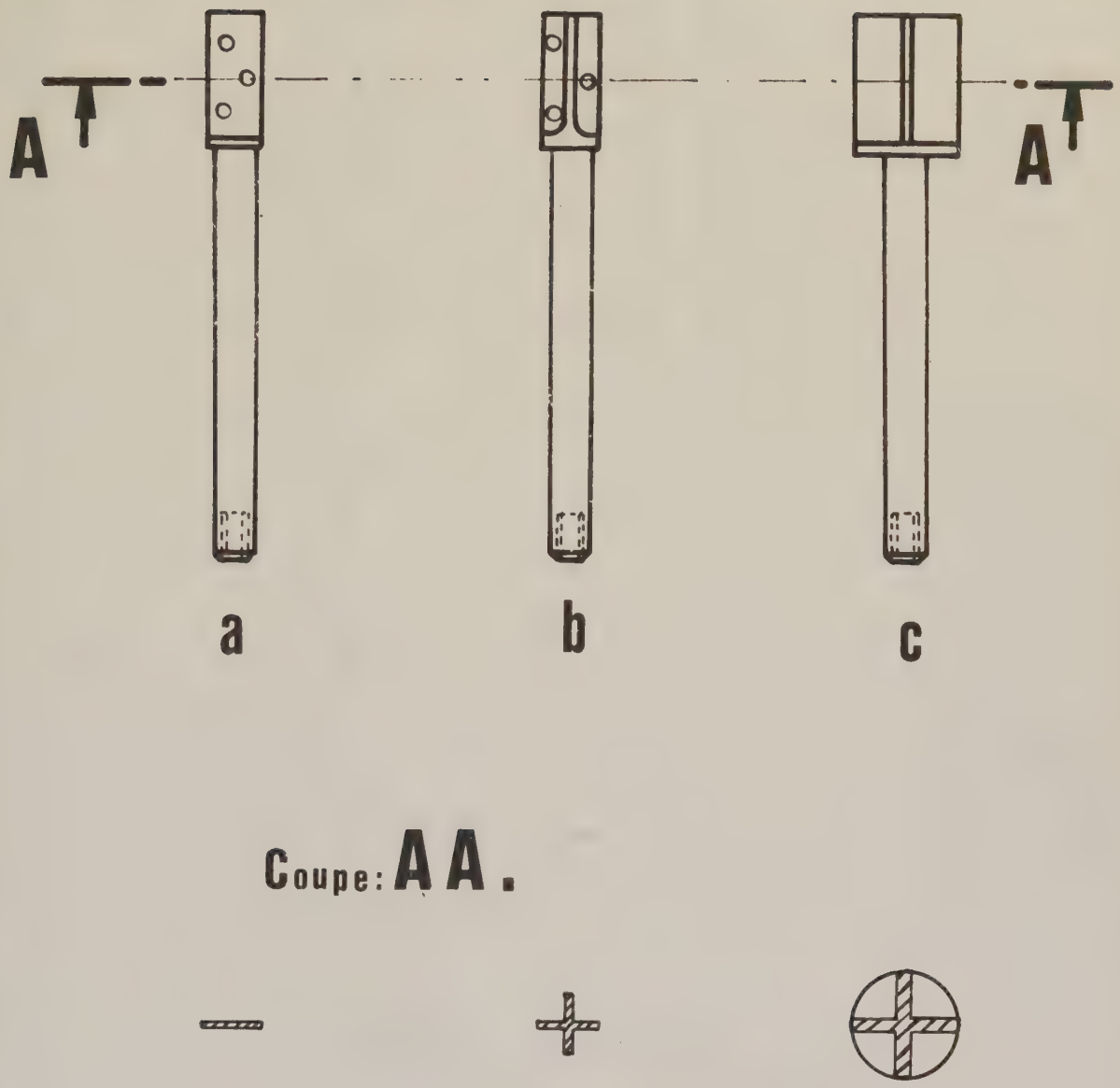


Fig.4-6 - Types d'embouts

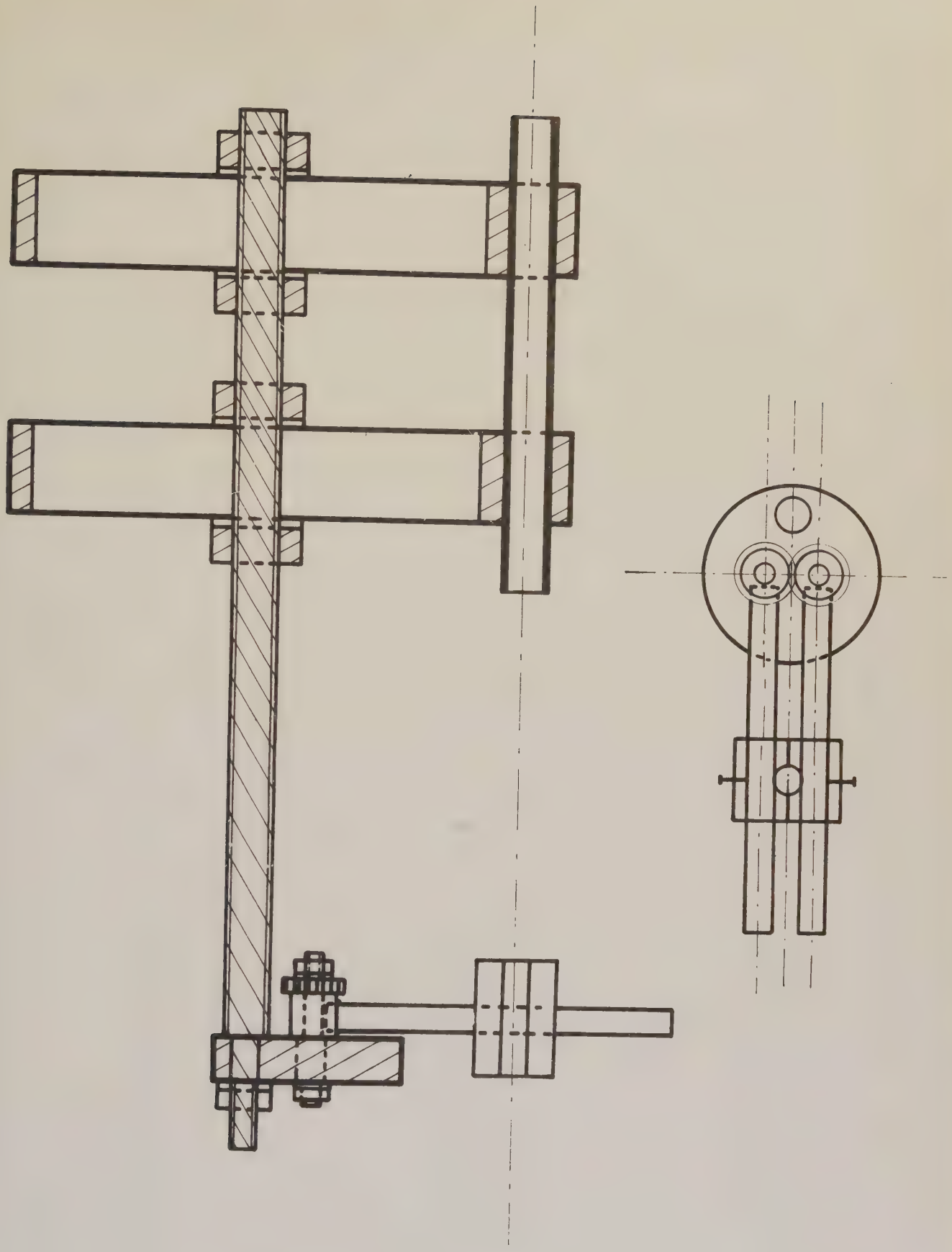


Fig.4-7 - Pince de fusion

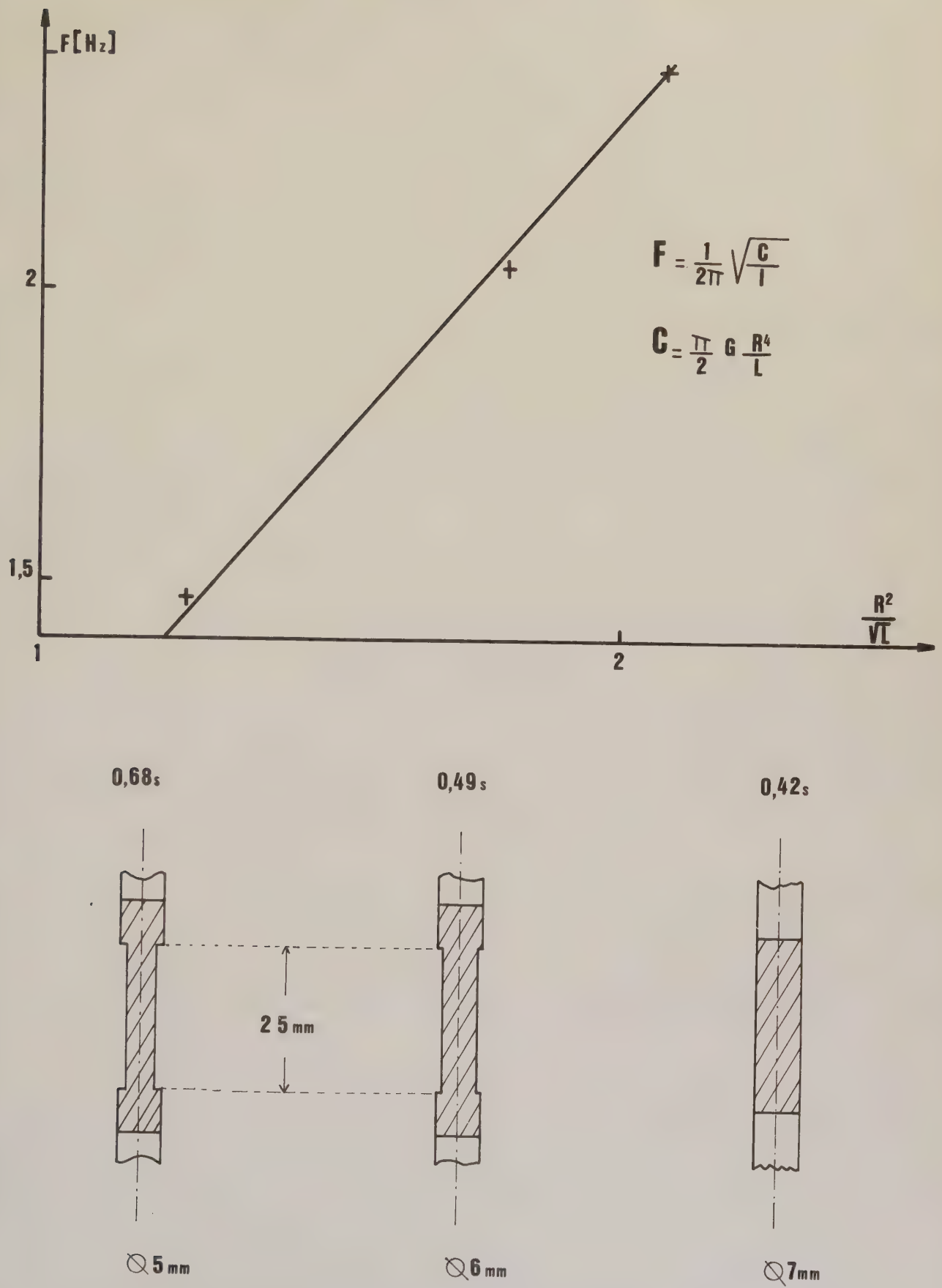


Fig.4-8 - Echantillons et résultats

TROISIEME PARTIE

CHAPITRE V

ARGON PUR

Les expériences ont été effectuées sur les échantillons avec embouts décrits précédemment (§ 4.4).

Nous avons mis en évidence un phénomène associé à l'équilibre thermique de l'échantillon ; il est dû aux propriétés spéciales de l'Argon.

5.1. Résultats expérimentaux

5.1.1. Frottement interne et module au cours d'une montée en température

Au cours d'une montée linéaire à 30°K/h le frottement interne d'un échantillon, oscillant à une fréquence de l'ordre du Hertz, croît constamment avec la température (fig. 1). L'amplitude maximum de déformation est 4.10^{-5}.

La principale caractéristique se situe entre 35 et 50°K où l'augmentation du frottement est très rapide. Près de la température de fusion, le comportement est celui des métaux (l'augmentation est liée à la recristallisation et à la déformation plastique).

La variation de module, qui est proportionnelle à celle du carré de la fréquence (§ 4.4), est reportée sur le même graphique. Pour un échantillon polycristallin le module de cisaillement moyen est défini par :

$$2\bar{G} = \frac{C_{11}-C_{12}-3C_{44}}{5} + 5\left[\frac{4}{C_{11}-C_{12}} + \frac{3}{C_{44}}\right]^{-1} \qquad \text{[réf. 74]}$$

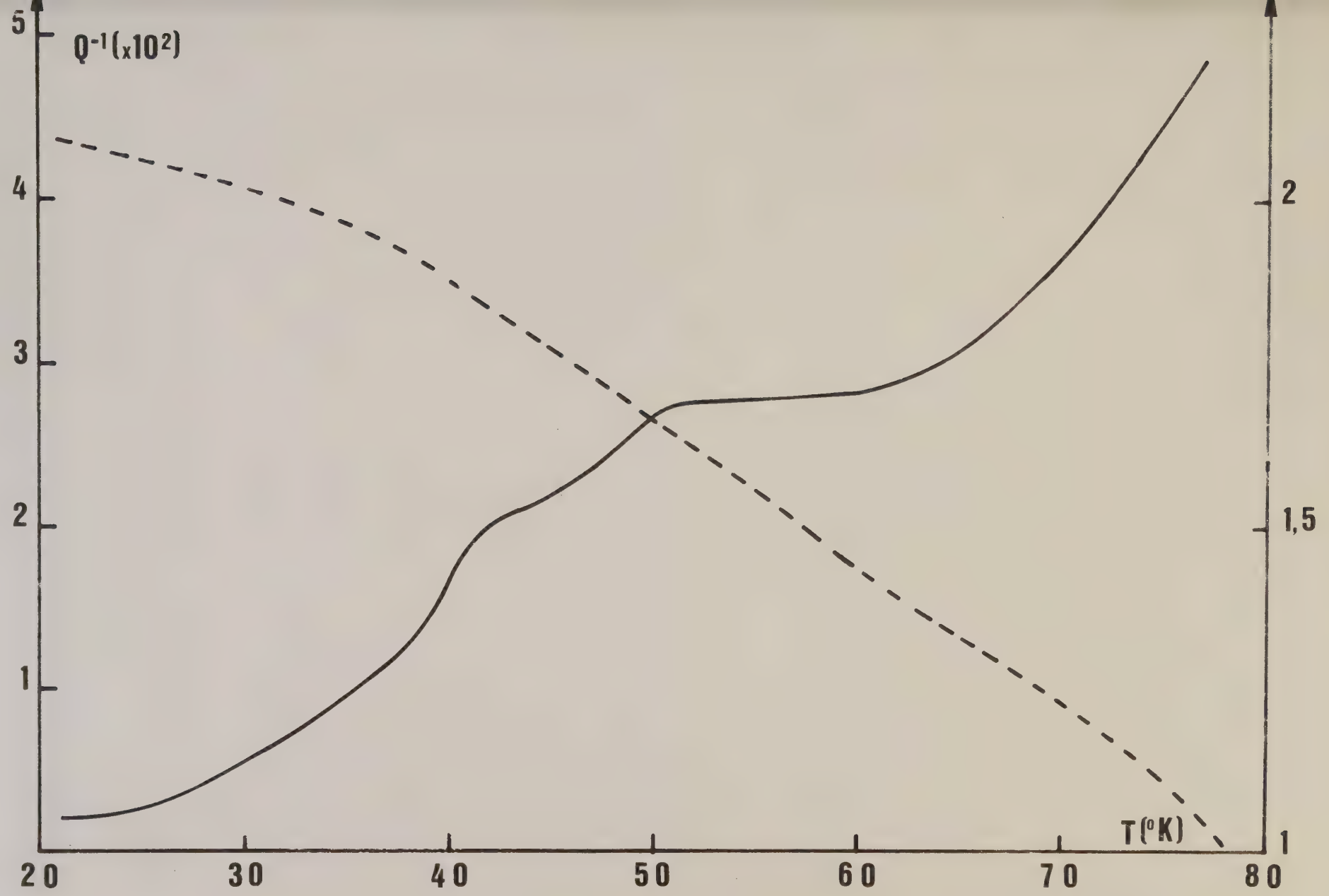


Fig.5-1 - Frottement (————) et module (– – – –) (1 Hz)

Nous l'avons calculé en utilisant les valeurs des constantes élastiques mesurées par MOELLER [41] et KEELER [43]. Nous observons un bon accord (fig. 2). Nous devons corriger nos valeurs car l'échantillon se sublime au cours de la montée en température ce qui entraîne une diminution de module (§ 5.1.4).

5.1.2. Variation du frottement interne avec la vitesse de montée en température

Nous appellerons V_T la vitesse de montée en température : $V_T > 0$ correspond à un réchauffement, $V_T < 0$ à un refroidissement.

Les expériences ont montré que le frottement interne croît avec V_T(fig. 3). Des variations de la vitesse entraînent des variations de Q^{-1}. Nous n'avons observé aucune saturation du phénomène.

Pour l'analyser, nous avons étudié, à température constante, l'évolution du frottement interne et de la période en fonction du temps. Si, après une variation de température ($V_T \neq 0$), nous faisons une isotherme, nous observons une décroissance du frottement interne ; la valeur limite est atteinte au bout de 3 à 7 minutes. Sur les figures 4 et 5 nous avons reporté les variations du frottement interne et de la période, le temps $t = 0$ est celui du début de variation de température.

$V_T > 0$. A la décroissance de frottement interne est associée une augmentation de période (fig. 4).

$V_T < 0$. Nous observons une diminution de période (fig. 5).

Le sens de variation de la période et la variation de Q^{-1} nous ont suggéré de chercher l'explication dans le sens d'une mise en équilibre thermique de l'échantillon.

A haute température, la sublimation ne nous permet pas d'obtenir l'équilibre (fig. 6).

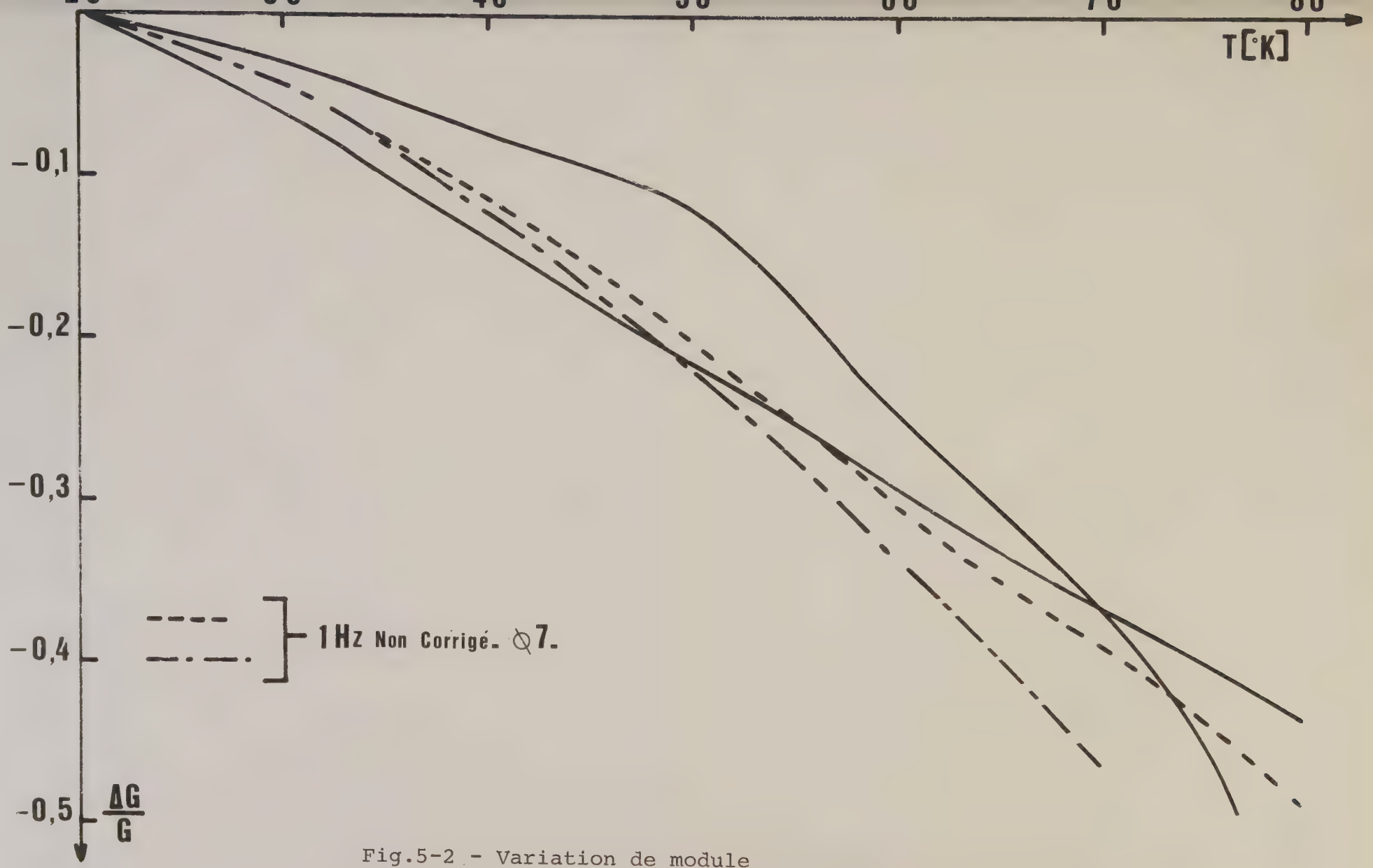


Fig.5-2 - Variation de module
(———) par constantes élastiques (Réf.41 et 43)
(– – –) et (– – –) nos expérience

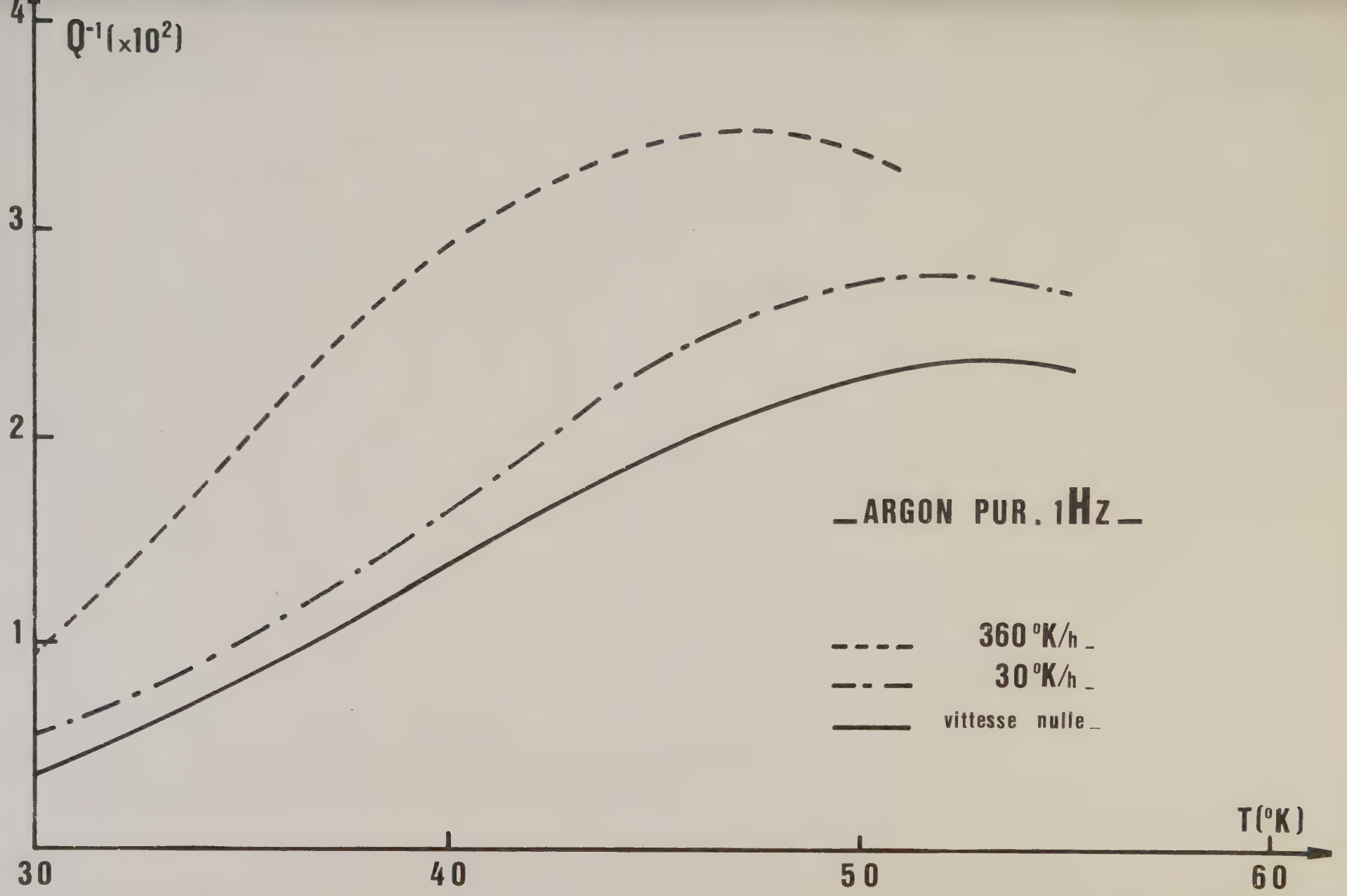


Fig.5-3 - Variation du frottement avec la vitesse de montée en température

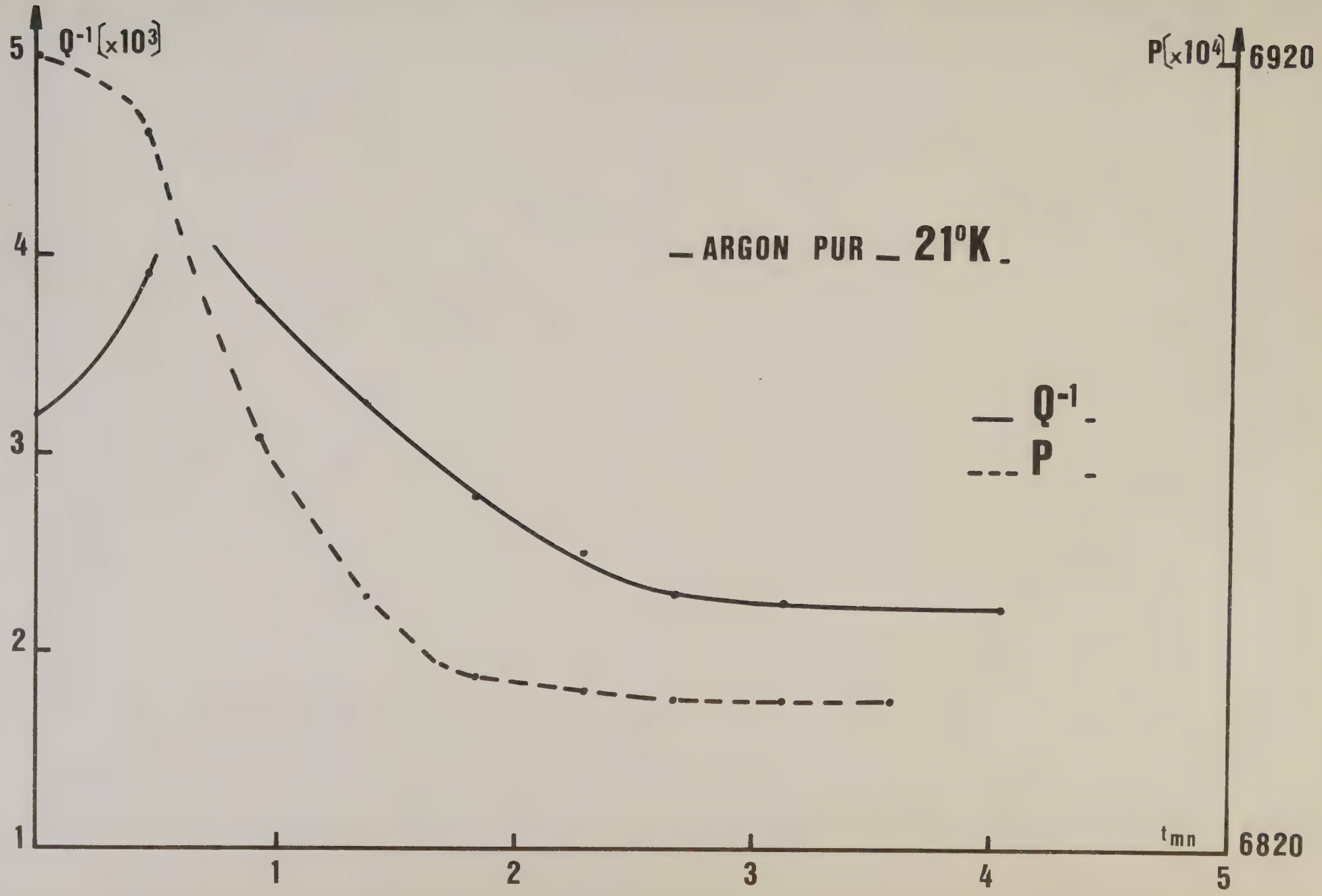


Fig.5-4 - Isotherme 21°K

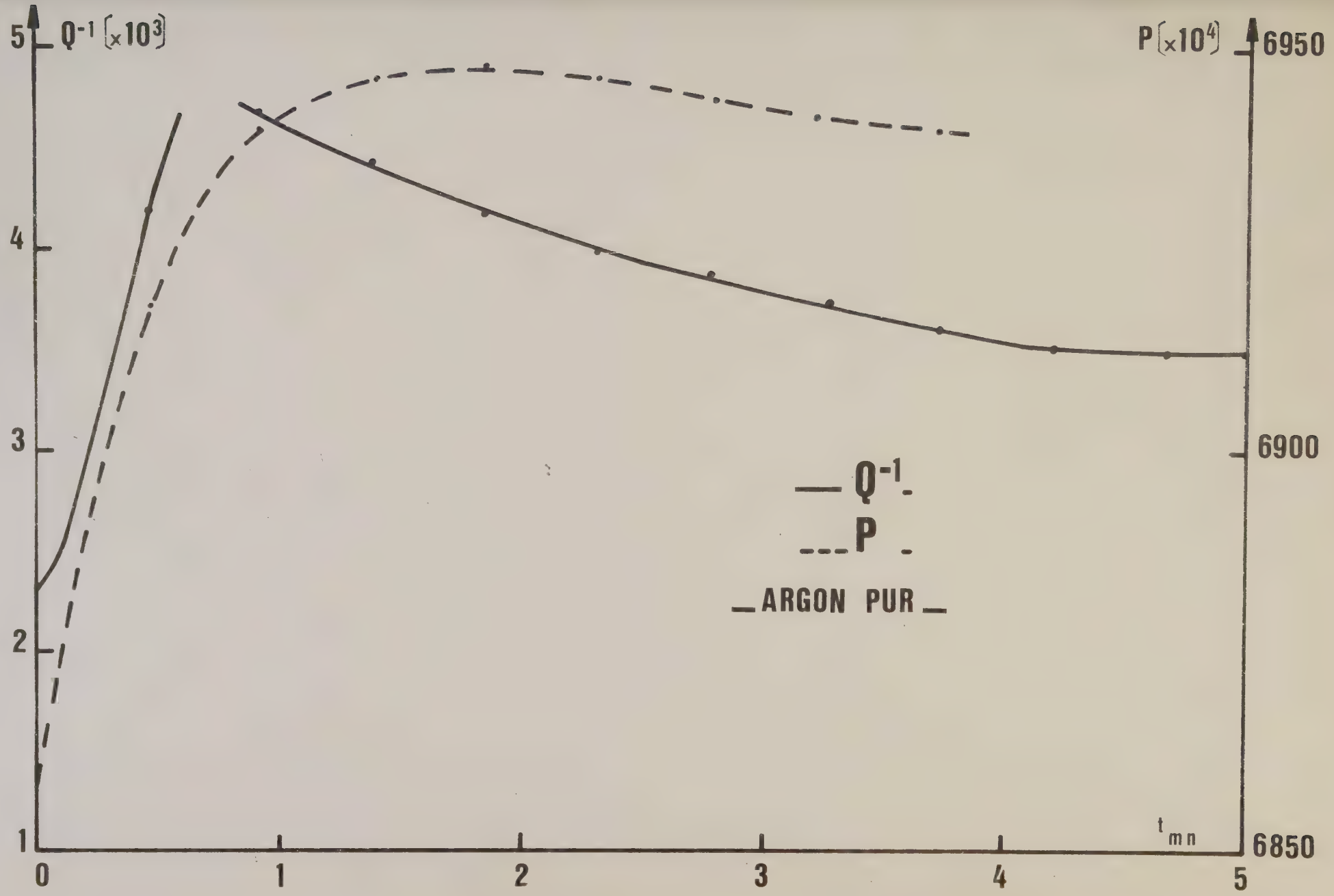


Fig.5-5 - Isotherme 27°K

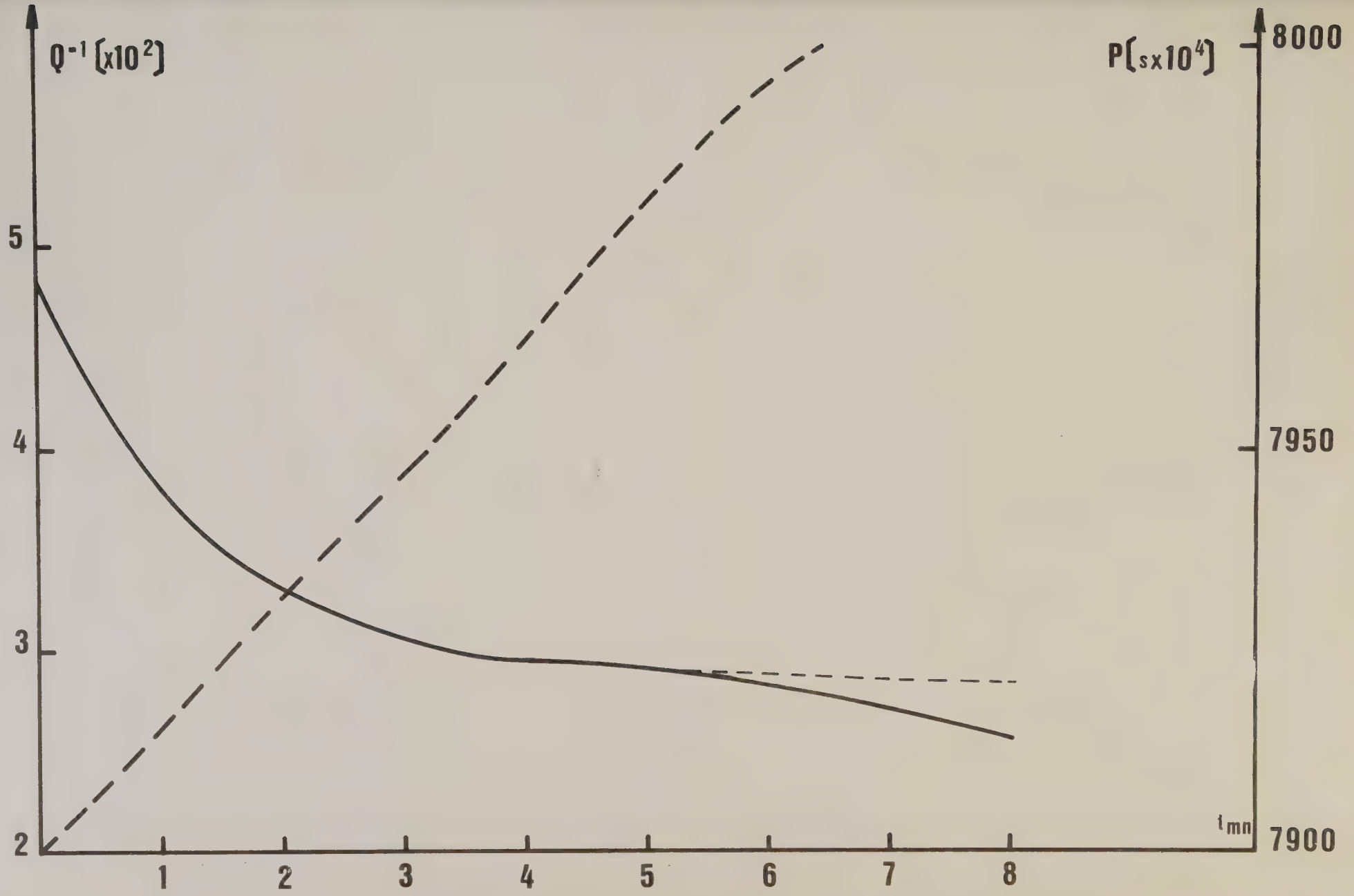


Fig.5-6 - Isotherme 78°K

5.1.3. Variation du frottement interne avec l'amplitude de déformation

Nous avons étudié, à 21°K, la variation du frottement interne en fonction de l'amplitude de déformation (fig. 7). Chaque série de points est obtenue par décroissance libre à partir de l'amplitude maximum ; c'est ce qui explique la dispersion en fin de décroissance ou la précision des mesures manuelles est moins bonne. Le modèle de Granato et Lücke [57] prévoit que la courbe $\ln(Q^{-1}\varepsilon) = f(1/\varepsilon)$ est une droite de pente $-C_2$; nous avons vérifié cette loi (fig. 8). Nous pouvons donc admettre qu'à 21°K le frottement interne est dû au désancrage réversible des dislocations. Ceci est confirmé par l'absence de déformation rémanente.

Pour des températures différentes nous ne pouvons pas effectuer la série complète de mesures ; cependant, nous avons fait certains tests. A basse température ($T < 50°K$), Q^{-1} présente la même caractéristique : sa valeur est constante pour l'amplitude de mesure ($\varepsilon = 4.10^{-5}$) quelle que soit la déformation initiale (jusqu'à $\varepsilon = 1.10^{-4}$), nous n'observons pas de déformation rémanente. A haute température ($T > 55°K$) il apparaît une déformation rémanente qui, à 64°K, est de 10^{-6} après déformation de 4.10^{-5}.

5.1.4. Mesures complémentaires

Nous avons effectué quelques expériences avec le pendule 50 Hz. La montée en température est obtenue par un courant de chauffage constant. Les résultats, pour deux expériences, sont reportés figure 9 ; le rapport d'amplitude est $2\sqrt{10}$.

Nous noterons principalement la diminution du frottement interne avec l'amplitude et le déplacement de la montée entre 40 et 50°K. La variation du module est comparée avec les courbes de $\overline{G}$ défini précédemment (fig. 10). Nous avons pu déterminer la correction à apporter. Après une montée à 77°K, l'échantillon est refroidi. Nous observons une variation de fréquence de - 4% à 21°K soit - 2% sur le diamètre.

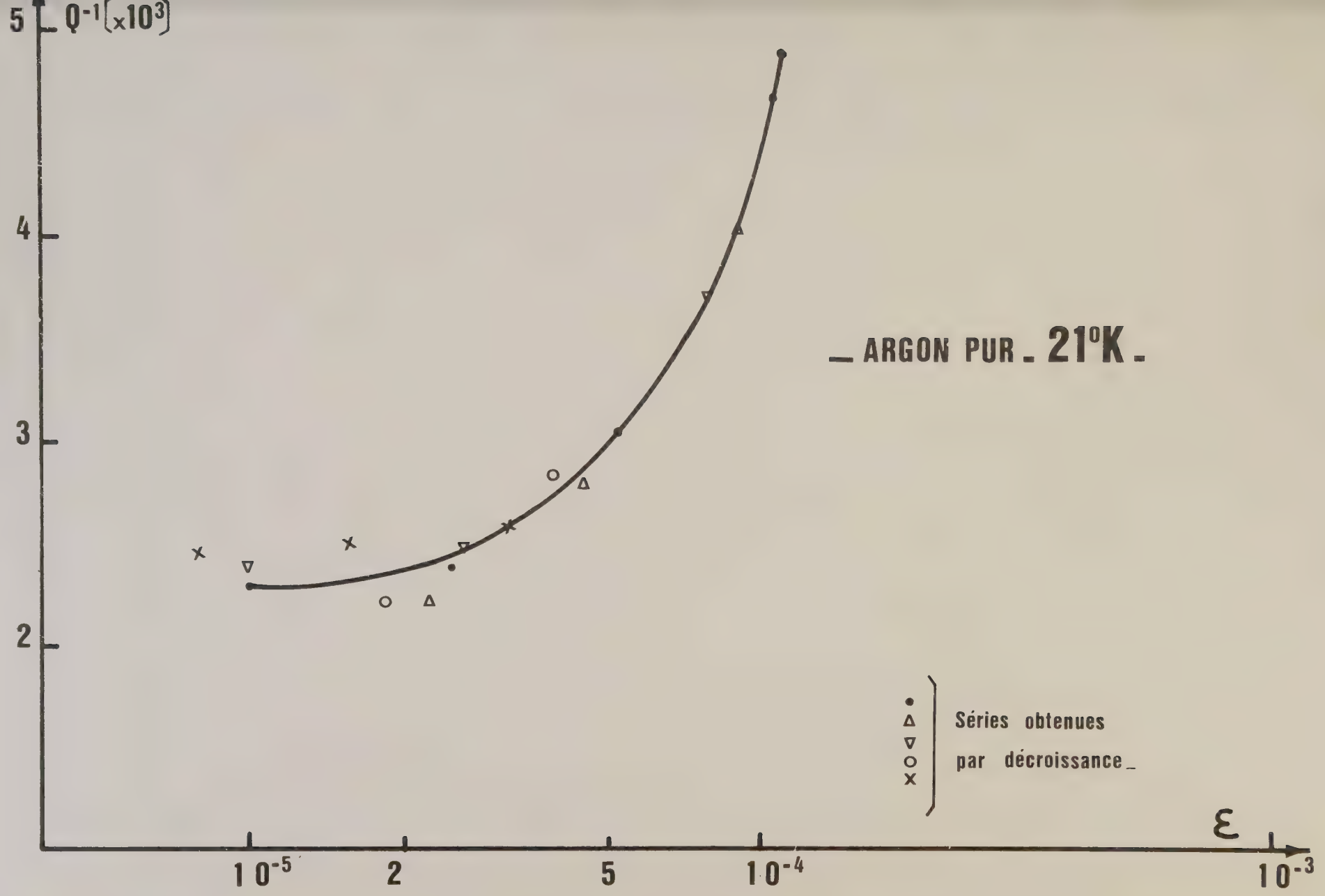


Fig.5-7 - Frottement interne en fonction de l'amplitude de déformation

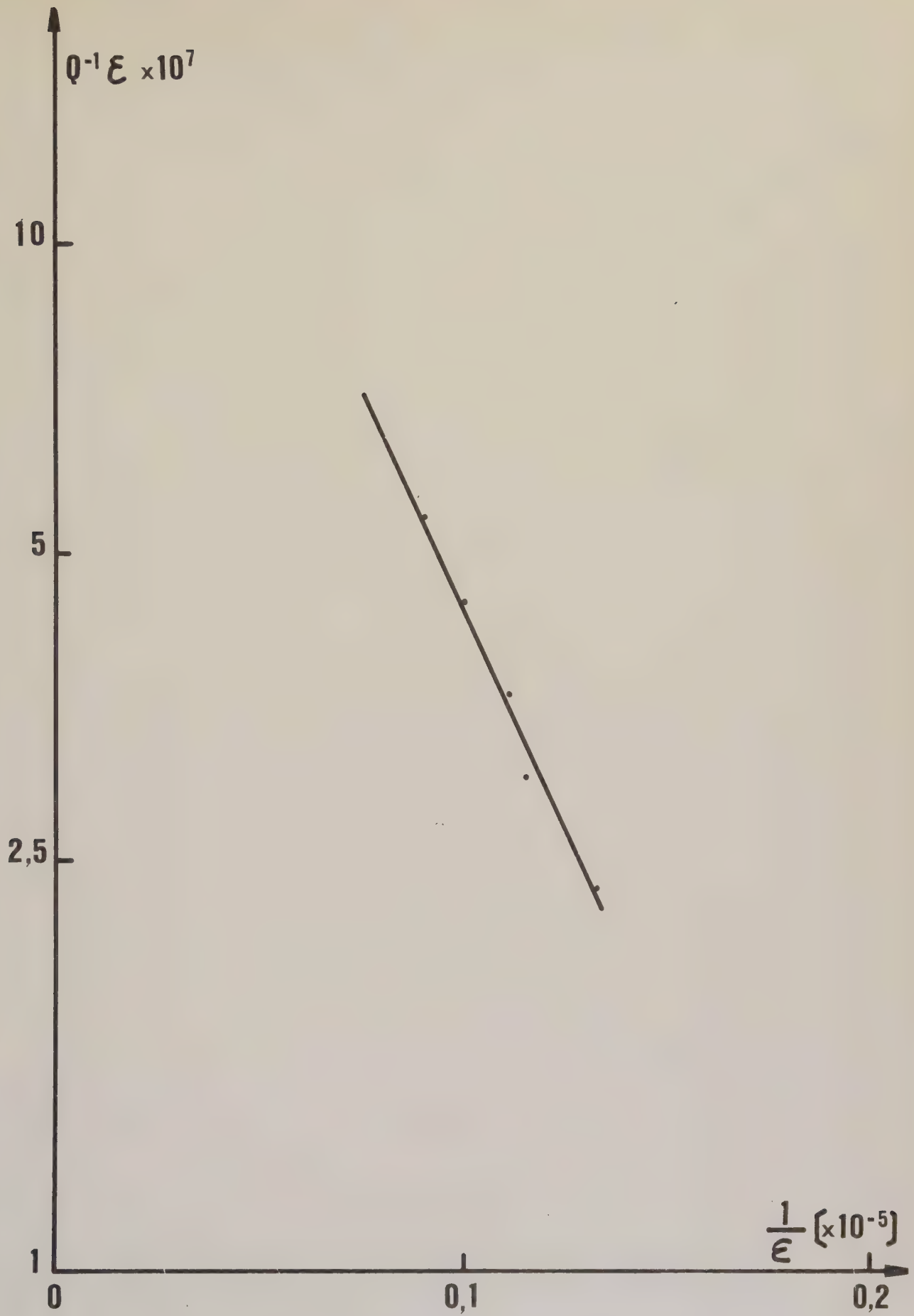


Fig.5-8 - Vérification du modèle de GRANATO et LUCKE

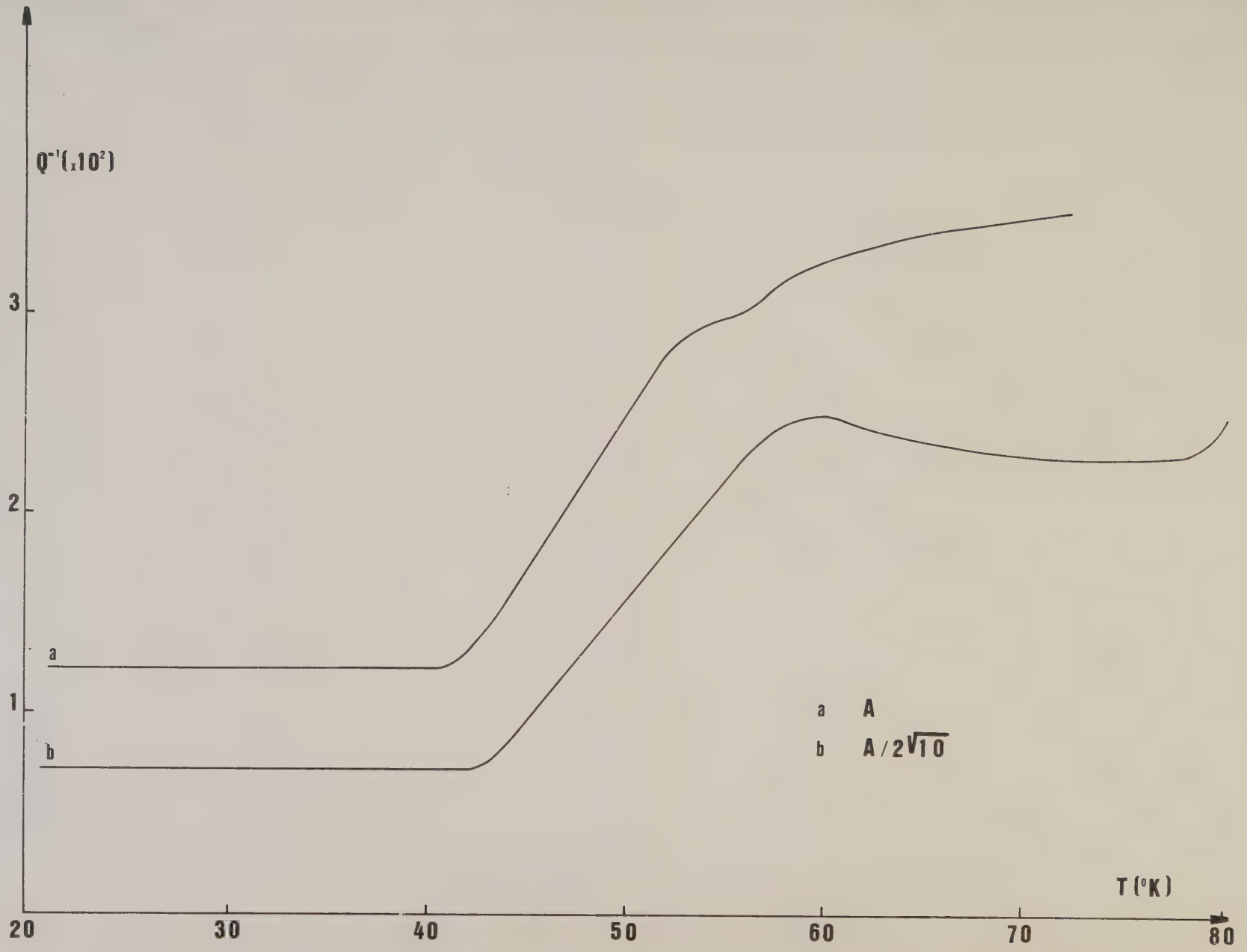


Fig 5-9 - Frottement (50 Hz)

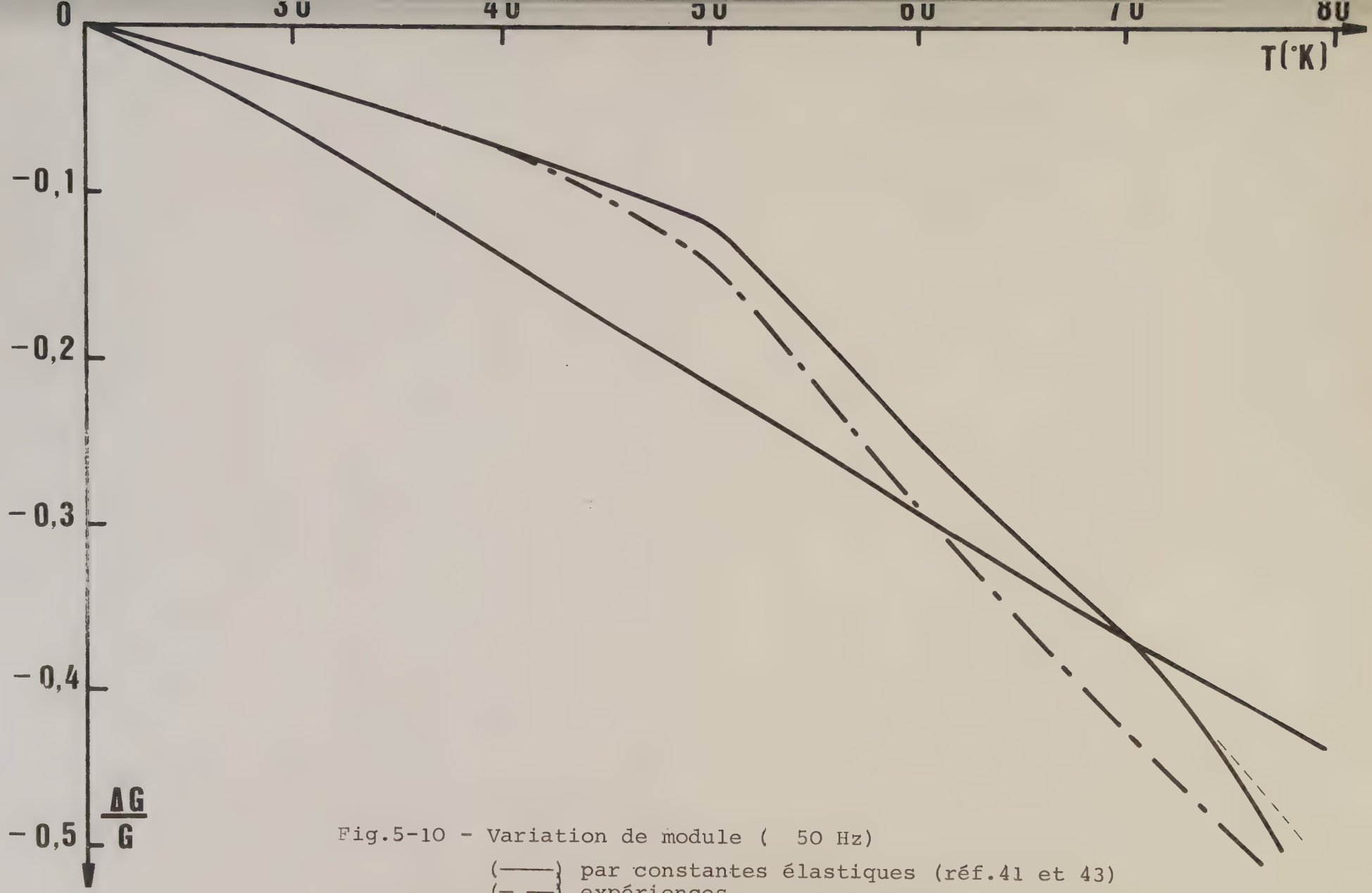


Fig.5-10 - Variation de module (50 Hz)

(———) par constantes élastiques (réf.41 et 43)
(– —) expériences
(----) correction de la sublimation

Nous n'avons pas pu étudier la différence de comportement entre 21 et 40°K par rapport aux expériences à 1 Hz. Nous pouvons retenir l'influence de la montée en température et un effet de fréquence.

5.2. Contraintes thermiques

Pour intrepréter l'évolution du frottement et de la période au cours d'une isotherme nous allons évaluer l'effet d'un gradient thermique radial dans le cristal. Nous montrerons que les phénomènes observés peuvent être expliqués en tenant compte des dimensions de notre échantillon et du coefficient de dilatation de l'Argon.

5.2.1. Diffusion thermique dans l'Argon

Le coefficient de diffusion thermique, D, donné par :

$$D = \frac{C_v}{\sigma}$$

ou C_v est la chaleur spécifique à volume constant et σ la conduction thermique, nous permet de définir le temps de relaxation τ_3.

$$\tau_3 = \frac{d^2}{D} \qquad \text{[réf. 56]}$$

d est la distance parcourue par le flux thermique.

Nous avons calculé D et τ_3 pour nos échantillons (tableau 1). Nous ne nous intéressons qu'au gradient radial car nous avons vu que les conditions géométriques imposent un gradient longitudinal nul [69].

5.2.2. Contrainte thermique

A partir de la variation du paramètre cristallin en fonction de la température $\Delta a/a_{(0°K)}$ [40], nous pouvons calculer la variation de paramètre, à une température donnée, due à un gradient de température. Nous avons reporté sur la figure 11 les valeurs obtenues pour un gradient de 1°K.

TABLEAU 5-1

T °K	$\sigma\left(\text{cal}\left[\text{cm s °K}\right]^{-1}(\times 10^{3})\right)$	$Cv\left(\text{cal cm}^{-3}\ (\times 10^{2})\right)$	$\frac{1}{D}\ s\left(\text{cm}^{-2}\ °K^{-1}\right)$	$\tau_3\left(s(°K)^{-1}\right)$		
				Ø 5mm	Ø 6mm	Ø 7mm
10	8	3,57	4	0,25	0,36	0,48
20	3,5	13,3	38	2,48	3,42	4,66
30	2	20	100	6,25	9	12,25
40	1,5	22,8	152	9,5	13,7	18,6
50	1,2	25,5	213	13,3	19,1	26,1
60	1	27,3	273	17	24,5	33,5
70	0,85	29,4	344	21,5	30,9	42,2
80	0,75	31,7	424	26,5	38,2	52

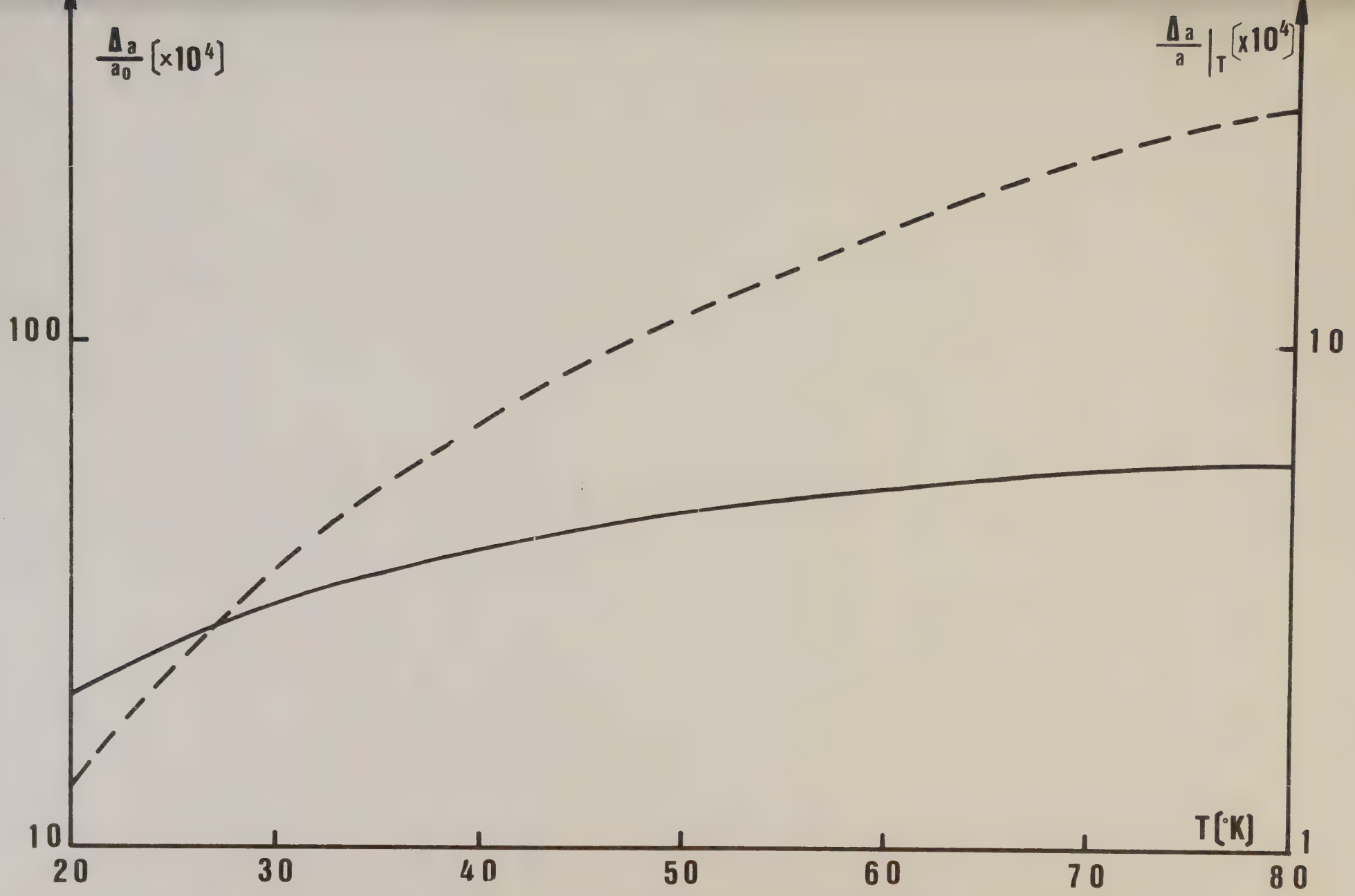


Fig.5-11 - Variation du paramètre cristallin
Echelles logarithmiques pour $\frac{\Delta a}{a}$

$$\frac{\Delta a}{a}\Big|_{20°K} = 2.10^{-4}$$

$$\frac{\Delta a}{a}\Big|_{80°K} = 5{,}8.10^{-4}$$

A cette déformation va correspondre une contrainte σ_T : la contrainte thermique. On montre facilement que :

$$G\varepsilon \lesssim \sigma_T \lesssim E\varepsilon$$

ou E est le module d'Young que nous pouvons prendre de l'ordre de 3 G soit :

$$20 \text{ g/mm}^2 < \sigma_{20°K} < 60 \text{ g/mm}^2$$

et

$$58 \text{ g/mm}^2 < \sigma_{80°K} < 170 \text{ g/mm}^2$$

Elle est supérieure à la contrainte imposée par les oscillations du pendule et peut dépasser la limite élastique.

5.2.3. Effets de la contrainte thermique

Le premier effet de la contrainte thermique est de faciliter le désancrage des dislocations. A amplitude d'étude constante nous observerons une augmentation du frottement interne lorsque σ_T va croître. Si σ_T augmente et devient supérieur à la limite micro élastique il va y avoir création de dislocations. Ceci se traduit par une contrainte interne dont le temps de relaxation, activé thermiquement, sera différent de τ_3.

Au cours de la mise en équilibre thermique nous allons observer la relaxation des contraintes thermiques et le réarrangement du réseau de dislocations.

5.3. Application aux isothermes

5.3.1. Etablissement du gradient

Sur les figures 4 et 5 nous pouvons observer les effets de l'établissement du gradient dans le cristal. En effet, la variation de température est rapide (4 à 10 s pour passer de 21 à 27°K sur le four). Dans notre modèle l'augmentation du gradient radial fait croître la contrainte thermique donc le frottement interne ; c'est bien ce que nous observons. Nous ne pouvons pas chiffrer la valeur du gradient maximum, nous pensons cependant qu'il est supérieur à 3°K soit une contrainte :

$$\sigma_T > 60 \text{ g/mm}^2$$

suffisante pour créer des dislocations.

Ce qui, pour l'instant, n'est qu'une hypothèse sera confirmé par l'étude de la relaxation au cours de l'isotherme.

5.3.2. Relaxation au cours de l'isotherme

En début d'isotherme nous avons dans le cristal une contrainte thermique dont le temps de relaxation est τ_3, et une contrainte interne ou mécanique qui se relaxe avec un temps τ_I activé thermiquement.

Au cours de l'isotherme les deux contraintes vont se relaxer, le processus le plus lent étant prépondérant.

Pour étudier l'évolution du phénomène en fonction de la température nous avons défini un temps de relaxation τ_1 par :

$$\Delta_N = \frac{Q^{-1}(t) - Q^{-1}(\infty)}{Q^{-1}(o) - Q^{-1}(\infty)} = e^{-\frac{t}{\tau_1}}$$

La pente de la courbe $\ln(\Delta_N) = f(t)$ nous donne τ_1. Mais nous avons vu que l'instant 0 de l'isotherme n'est pas connu de façon précise (nos mesures sont ponctuelles) aussi préférons nous mesurer τ_2 en portant $\ln(\Delta) = f(t)$ avec :

$$\Delta = Q^{-1}(t) - Q^{-1}(\infty) = e^{-\frac{t}{\tau_2}}$$

Les valeurs de τ_1 et τ_2 sont reportées dans le tableau 2 ou nous les comparons avec τ_3.

L'imprécision des mesures ne permet pas la détermination de τ_I. Cependant, la faible variation de τ_1 et τ_2 dans la gamme de température correspond au modèle proposé. A basse température la relaxation de la contrainte interne est le processus prépondérant, à haute température la contrainte thermique se relaxe plus lentement.

5.3.3. Conclusion

Nous avons mis en évidence un phénomène que nous pouvons relier aux propriétés thermodynamiques des cristaux d'Argon (faible conductivité thermique, grand coefficient de dilatation).

Une étude plus détaillée du phénomène (enregistrement continu du frottement interne, meilleure définition des isothermes) doit permettre la mesure du temps de relaxation de la contrainte interne.

Du point de vue expérimental, il détermine les conditions de mesure du spectre de frottement interne. Nous n'aurons le frottement interne réel de l'échantillon que pour l'équilibre thermique, ce qui nécessite la mesure par paliers successifs.

5.4. Etude du spectre

Nous avons effectué des mesures pour des températures comprises entre 21 et 78°K. Les valeurs sont prises après 8 à 10 minutes à température constante. L'amplitude maximum des oscillations est de 4.10^{-5}. Nous avons reporté les résultats sur la figure 12. Pour les températures supérieures à 78°K, la sublimation et la dérive du zéro ne nous permettent pas d'effectuer les mesures.

TABLEAU 5-2

T (°K)	Ø (mm)	τ_1 (s)	τ_2 (s)	τ_3 (s)
21	5	43	44,5	3,1
21	6	48	56	4,2
21	6	43	56	4,2
53,5	7	83	65	29
62	7	58	54	35
78	7	59	71	50

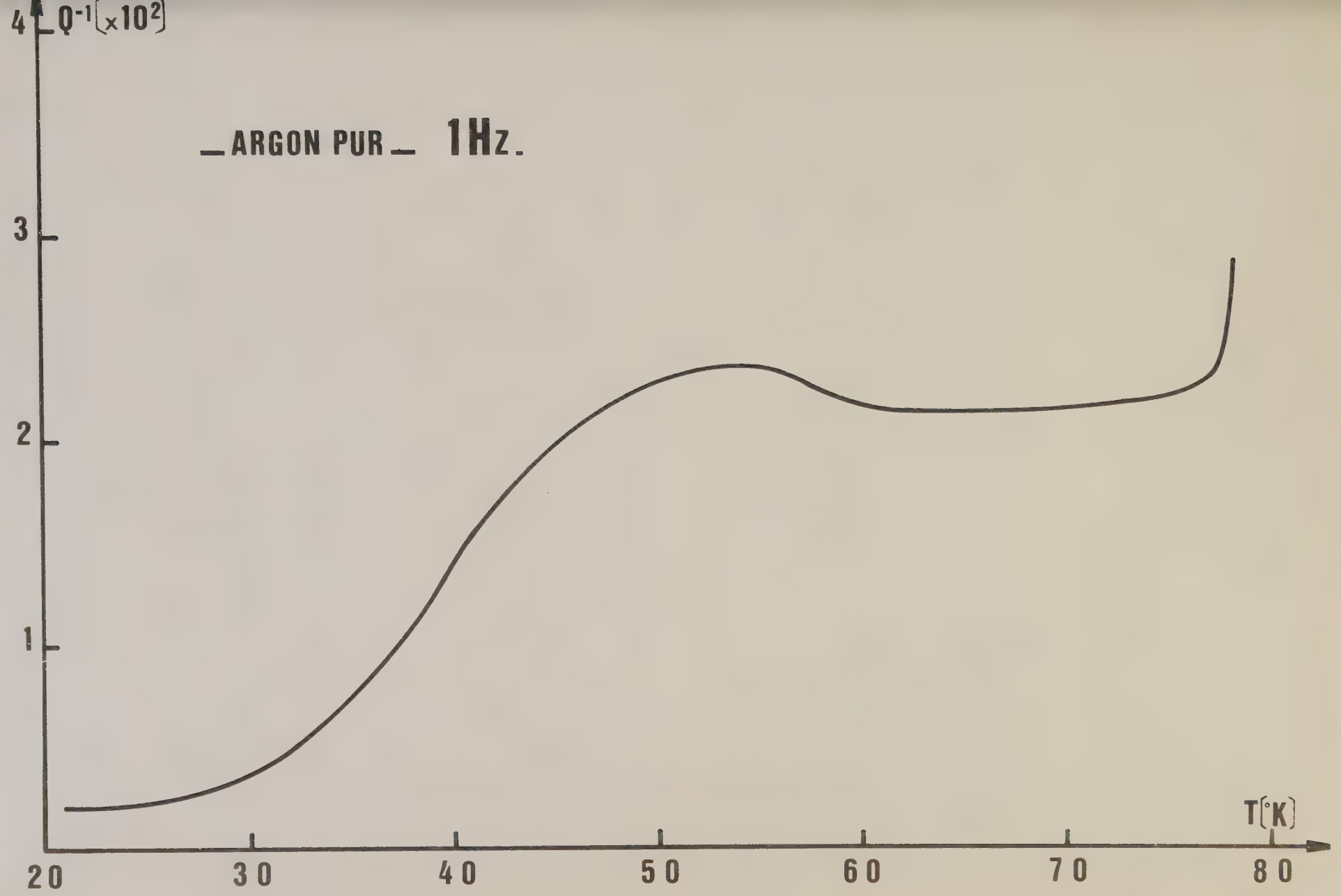


Fig.5-12 - Frottement obtenu par paliers successifs

5.4.1. Modèle proposé

Nous pensons que le spectre de frottement interne observé peut être expliqué par l'interaction dislocations impuretés et, à haute température, la déformation plastique de l'échantillon.

PEREZ [75] a montré que le frottement interne dû à l'interaction dislocations-impuretés, pic P_c de l'Aliminium, est fonction de l'amplitude, de la température et de la fréquence.

- une diminution d'amplitude déplace le pic vers les hautes températures ; il tend à disparaître lorsque $\varepsilon \to o$
- une augmentation de la fréquence d'oscillation déplace le pic vers les basses températures
- à température constante, le frottement interne suit le modèle de Granato et Lücke

$$Q^{-1} = \frac{C_1}{\varepsilon} \exp - \frac{C_2}{\varepsilon}$$

Le frottement interne croît rapidement avec l'amplitude de déformation dans le cas de déformation plastique ; PEGUIN [58] montre que l'on peut le mettre sous la forme :

$$Q_P^{-1} = \frac{A}{\varepsilon} \sinh [B(\varepsilon - \varepsilon_p)]$$

ou ε_p est la limite de déformation plastique.

5.4.2. Application au cas de l'Argon solide

Pour interpréter le frottement interne de l'Argon pur nous négligeons le frottement dû à la diffusion thermique aux joints de grains car la constante d'anisotropie :

$$R = \frac{2\,C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$$

est voisine de 1. La relaxation des dislocations (Pic de Bordoni) n'intervient pas car elle se situe hors de notre domaine d'étude ($\frac{T_B}{T_f} \sim \frac{1}{10}$).

Nous pensons qu'entre 20 et 75°K le frottement interne est dû principalement à l'interaction dislocations-impuretés. La comparaison des courbes obtenues en montée linéaire avec celle tracée par paliers successifs favorise cette hypothèse.

Au cours d'une montée linéaire la contrainte thermique vient se superposer à la contrainte imposée par les oscillations, ceci doit déplacer le pic vers les basses températures ; c'est ce que nous observons pour des températures inférieures à 55°K. Les courbes à 50 Hz montrent le déplacement du pic vers les hautes températures lorsque l'amplitude d'oscillation décroît. De plus, la variation de Q^{-1} en fonction de 2 suit la loi de Granato et Lücke à 21°K.

Ces faits expérimentaux confirment donc l'hypothèse d'une interaction dislocations-impuretés.

Pour les températures supérieures à 55°K nous n'observons pas la diminution attendue. Nous pensons que, d'une part, les points d'ancrage sont mobiles, ce que montre l'apparition d'une déformation rémanente, et que, d'autre part, il apparaît un frottement relié à la déformation plastique. Pour appuyer cette dernière hypothèse nous considérons les courbes obtenues au cours d'une montée linéaire où le frottement interne croît très rapidement dès 60 à 65°K ;la déformation plastique apparaît à plus basse température à cause de la contrainte thermique.

5.4.3. Conclusion

Le spectre de frottement interne se réduit donc à deux phénomènes :

CHAPITRE VI

ALLIAGES

L'étude des alliages a été faite avec le cristal sous tube (§ 4.3). Nous n'avons pas pu utiliser les échantillons démoulés car ils présentent des défauts de géométrie que nous attribuons à la variation de concentration le long du cristal.

Nous retrouvons avec ces échantillons les phénomènes que nous avons attribués au gradient de température. Dans ce cas, il intervient une contrainte supplémentaire due à la différence entre les coefficients de dilatation du tube et de l'Argon.

6.1. Argon pur

L'étude du frottement interne de l'Argon pur pour ce type d'échantillon nous permet de tester les différents tubes.

Les tubes en acier inoxydable et en nickel donnent des résultats non reproductibles ; de plus, les courbes obtenues n'ont pas la même allure que celle des échantillons avec embouts.

Avec un tube en or, par contre, nous obtenons des résultats reproductibles tant au point de vue variation que niveau. La courbe $Q^{-1} = f(T)$ (fig. 1) présente le même aspect que celle obtenue avec embouts. Les mesures de frottement interne sont faites au cours d'une montée en température avec une vitesse inférieure à 10°K/h.

A la fusion du cristal correspond un maximum de frottement interne. Nous retrouvons après fusion le frottement interne du tube vide.

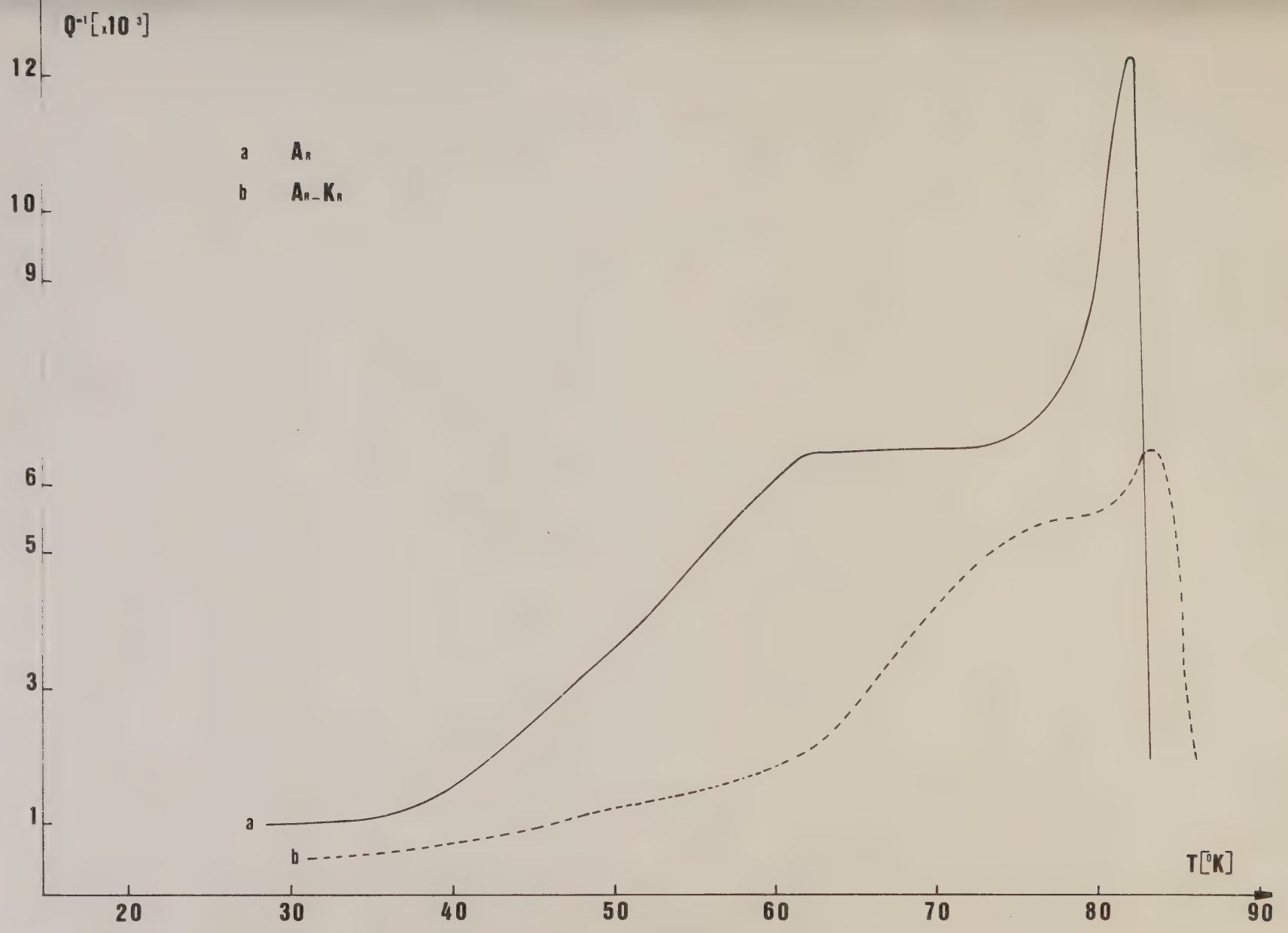


Fig.6-1 - Frottement Argon pur et Argon 20% Krypton

Nous avons comparé les résultats obtenus avec ceux donnés par le modèle. Le facteur d'amortissement est calculé à partir de la géométrie de l'échantillon:

$$\sqrt{\frac{k_1}{k_2}}\Big|_{\text{théorique}} = 2,6$$

Par contre, le facteur expérimental, calculé à 64°K, est :

$$\sqrt{\frac{k_1}{k_2}}\Big|_{\text{expérimental}} = \frac{Q^{-1}_{\text{embouts}}}{Q^{-1}_{\text{tube}}} = 3,3$$

Nous retrouvons donc le bon ordre de grandeur. Nous pensons que la différence est due principalement au fait que l'amplitude de déformation est différente pour les deux échantillons :

- 4.10^{-5} pour l'échantillon avec embouts
- 7.10^{-6} pour l'échantillon avec tube

Il semble donc que la rigidité du tube intervienne plus que l'épaisseur. Nous croyons qu'un tube "mou" permet une meilleure formation du cristal et évite des contraintes internes trop élevées au cours du refroidissement ; le tube "suit" la contraction de l'Argon.

6.2. Alliage Argon-Krypton

Pour mettre en évidence l'effet Zener nous avons fait un mélange contenant 20% atomique de Krypton dans la phase gazeuse Nous pensions ainsi avoir le pic de Zener pour une température de 68°K.

Des essais effectués sur différents alliages, Argon-Azote, dans les tubes acier et nickel, ont montré que la concentration moyenne dans le solide est celle de la phase gazeuse.

Les résultats, pour l'alliage Argon-Krypton sont reportés figure 1. Par rapport à l'Argon pur nous observons une diminution du frottement interne ainsi qu'une translation vers les hautes températures.

Ces résultats sont en accord avec le modèle que nous avons présenté pour interpréter le frottement interne de l'Argon pur. En effet, les impuretés épinglent les dislocations et le désancrage se produira à une température plus élevée.

L'absence de pic Zener dans notre mesure n'est pas une preuve suffisante pour pouvoir affirmer qu'il n'y a pas d'effet Zener dans l'alliage Argon-Krypton. Deux facteurs interviennent qui entraînent une diminution de la hauteur du pic : d'une part le facteur d'amortissement, d'autre part le gradient de concentration. Nous n'avons pas pu faire de recuit suffisamment long, à haute température, pour assurer l'homogénéisation du cristal.

6.3. Conclusion

Les études effectuées sur les alliages ne nous ont pas permis de mettre en évidence l'effet Zener que nous recherchions ; mais nous avons pu confirmer le modèle proposé pour l'Argon pur.

Nous avons montré que le choix du matériau est très important.

CONCLUSION

La mise au point d'une technique d'élaboration d'échantillons, nous a permis de rendre possible l'étude de l'Argon et de ses alliages par frottement interne. Cette méthode peut facilement être adaptée à des échantillons de Krypton et de Xénon.

Les expériences effectuées sur l'Argon pur ont révélé un comportement qui peut être décrit par les théories usuelles du frottement interne : interaction dislocations-impuretés, déformation plastique. Des résultats propre à l'Argon ont pu être interprétés par un processus thermique.

L'étude des alliages a confirmé l'interaction dislocations-impuretés.

Bien que nos expériences soient fragmentaires, elles montrent la possibilité et l'intérêt d'une étude plus complète. En conservant la même technique l'étude du pic de Bordoni est possible ; le démoulage d'échantillons alliés doit conduire à l'effet Zener.

Nous avons montré que l'échantillon tube + cristal donnait des résultats intéressants lorsque le matériau du tube est bien choisi. Nous pouvons envisager l'irradiation de tels échantillons.

BIBLIOGRAPHIE

[1] E.R. DOBBS G.O. JONES
Repts. Progr. Phys. 20 516 (57)

[2] A.C. HOLLIS HALLET
Argon Helium and the rare gases - Interscience Publishers 1961

[3] G.L. POLLACK
Rev. Mod. Phys. 36 748 (64)

[4] G.K. HORTON
Am. J. Phys. 36 93 (68)

[5] M. BORN
Atomic Physics 7ème édition 1962. Blackie and Son Ltd

[6] F. LONDON, R. EISENSCHITZ
Z. Physik 60 491 (30)

[7] H. MARGENAU
Rev. Mod. Phys. 20 165 (39)

[8] A. DALGARNO, W.D. DAVISON
Advance in atomic and molecular physic 2 1 (66)

[9] H. MARGENAU, N.R. KESTNER
Theory of intermolecular Forces. Pergamon Press 1969

[10] T.L. GILBERT,A.C. WAHL
J. Chem. Phys. 47 3425 (67)

[11] A.A. ABRAHAMSON
Phys. Rev. 130 693 (63)

[12] O. GUSTAFSSON
Arkiv for Fysik 40 465 et 473 (70)

[13] V.K. NIKULIN
Soviet Phys. Technical Physics 16 28 (71)

[14] J.C. SLATER
Quantum theory of molecules and solids, Mc Graw Hill 1963

[15] G. MIE
Ann. Phys. 11 657 (1903)

[16] J.E. LENNARD-JONES
Physica 4 941 (37)

[17] J.M. PARSON
J. Chem. Phys. 53 2123 (70)
53 3755 (70)

[18] J.H. DYMOND, B.J. ALDER
J. Chem. Phys. 51 309 (69)

[19] M. HENDERSON, M.S. WERTHEIM
J. Chem. Phys. 51 5420 (69)

[20] J. de BOER
Physica 14 139 (48)

[21] C.W. LEMING, G.L. POLLACK
Phys. Rev. B2 3323 (70)

[22] D.L. LOSEE, R.O. SIMMONS
Phys. Rev. 172 944 (68)

[23] M.W. LEE, S. FUCKS, J. BIGLESEIN
J. Chem. Phys. 53 4066 (70)

[24] F.K. HOURY, D.B. ROBINSON
J. Chem. Phys. 55 2071 (71)

[25] J.J. BURTON, G. JURA
UCRL 16037 Rev.

[26] H.H. CHEN, R.A. AZIZ, C.C. LIM
Can. J. Phys. 49 1569 (71)

[27] N.P. GUPTA
Austr. J. Phys. 22 471 (69)

[28] G. TADDEI, S. CALIFANO
Rivista del Nuovo Cimento 1 547 (69)

[29] D.D. KONONALOW
J. Chem. Phys. 50 12 (69)

[30] M.C.A. DONKERSLOOT, S.H. WALMSLEY
Mol. Phys. 19 183 (70)

[31] T.N. AGARWAL,R.K. GUPTA
Phys. Stat. Sol. 40 K73 (70)

[32] M.L. KLEIN, J.A. BARKER, T.R. KOEHLER
Phys. Rev. B4 1983 (71)

[33] N.P. GUPTA, A.K. DAVE
Ann. Phys. 57 386 (70)

[34] V.K. DIXIT, M.N. SHARMA
J. Phys. Soc. Jap. 30 1166 (71)

[35] G.E. GELINEK
Phys. Rev. B 3 2716 (71)

[36] J.W. LEECH, J.A. REISSLAND
Low temperature Physics LT 9 B, p. 1081, PLENUM PRESS 1964

[37] E.A. GUGGENHEIM, M.L.Mc GLASHAN
Proc. Roy. Soc A 255 456 (60)

[38] L.JANSEN, J.M. DAWSON
J. Chem. Phys. 23 482 (55)

[39] O.G. PETERSON, D.N. BATCHELDER, R.O. SIMMONS
J. Appl. Phys. 36 2682 (65)

[40] O.G. PETERSON, D.N. BATCHELDER, R.O. SIMMONS
Phys. Rev. 150 703 (66)

[41] H.R. MOELLER, C.F. SQUIRE
Phys. Rev. 151 689 (66)

[42] M. GSANGER, H. EGGER, E. LUSCHER
Phys. Lett. 27A 695 (68)

[43] G.J. KEELER, D.N. BATCHELDER
J. Phys. C 3 510 (70)

[44] B. DORNER, H. EGGER
Phys. Stat. Sol. 43B 611 (71)

[45] A.R. SPARKES, G.O. JONES
Phil. Mag. 10 1053 (64)

[46] A.V. LEONTEVA, Y.S. STROILOV, E.E. LAKIN, D.W. BOSHUTKIN
Phys. Stat.Sol. 42 543 (70)

[47] R.G. PRITCHARD, D. GUGAN
Phys. Lett. 32A 124 (70)

[48] F. CERNUSCHI, D. BANCHIK
Revista Universitad National de Tucuman 149 (66)

[49] J.J.BURTON, G. JURA
UCRL 16037 Rev. (1965)

[50] G. WEHR, K. BONING, J. KALUS, G. VOGL, H. WENZEL
Communication personnelle

[51] C.S. BARRETT, L. MEYER
Low Temperature Physics LT 9B, p. 1085, PLENUM PRESS 1964

[52] A.C. JENKINS
Chapitre XI dans Argon, Helium, and the rare gases. Interscience publishers 1961

[53] C.S. BARRETT, T.H. JORDAN, L. MEYER
J. Chem. Phys. 51 2941 (69)

[54] E.L. PACE, R.L. BIVENS
J. Chem. Phys. 53 748 (70)

[55] A.E. CURZON, A.J. MASCALL
J. Phys. C 2 220 (69)

[56] C. ZENER
Elasticité et anélasticité des métaux - Dunod 1965

[57] A. GRANATO, K. LUCKE
J. Appl. Phys. 27 583 et 789 (56)

[58] P. PEGUIN
Thèse, Lyon 1966

[59] C. ZENER
Trans. AIME 153 122 (43)

[60] C. ZENER
Phys. Rev. 71 34 (47)

[61] A.D. LE CLAIRE, W.M. LOMER
Acta Met. 2 731 (54)

[62] A.S. NOWICK, D.P. SERAPHIM
Acta Met. 9 40 (61)

[63] D.O. WELCH, A.D. LE CLAIRE
Phil. Mag. 143 981 (67)

[64] Y. ADDA, J. PHILIBERT
La diffusion dans les solides - Bibliothèque des sciences et techniques nucléaires 1966

[65] A.S. NOWICK
Phys. Rev. 88 925 (52)

[66] E.H.C. PARKER, H.R. GLYDE, B.L. SMITH
Phys. Rev. 176 1107 (68)

[67] A. BERNE, G. BOATO, M. DE PAZ
Nuovo Cimento 46B 182 (66)

[68] A.V. CHADWICK, J.A. MORRISON
Phys. Rev. B1 2748 (70)

[69] G. DE KEATING HART
Thèse Grenoble 1968

[70] G. MARTIN, J. DELAPLACE, J. HILLAIRET
Note CEA-N-535 (1965)

[71] J. HILLAIRET, L. TRABUT, R. LE DIOURON
Rapport CEA-R-4033 (1970)

[72] D. LEMERCIER
Thèse Grenoble 1969

[73] P. SCHILLER
Thèse Stuttgart 1958

[74] R. HILL
Proc. Phys. Soc. 65 349 (52)

[75] J.M. PEREZ
Thèse Lyon 1970